

Vysoká škola báňská – Technická univerzita Ostrava
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra neželezných kovů, rafinace a recyklace

Diplomová práce

Lité struktury slitiny na bázi Al-Mn v závislosti na parametrech lití
Microstructures of cast Al-Mn based alloy depending on twin roll
casting

2010

Bc. Alexandra Janíková

VŠB - Technická univerzita Ostrava
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra neželezných kovů, rafinace a recyklace

Zadání diplomové práce

Student: **Bc. Alexandra Janíková**
Studijní program: N3923 Materiálové inženýrství
Studijní obor: 3911T029 Neželezné kovy a speciální slitiny
Téma: **Lité struktury slitiny na bázi Al-Mn v závislosti na parametrech kontilití**
Microstructures of cast Al-Mn based alloy depending on twin roll casting

Zásady pro vypracování:

1. Úvod
2. Teoretická část
 - Stručná charakteristika hliníkových slitin se zaměřením na třídu 3000.
 - Problémy při kontilitě.
 - Tepelné zpracování slitin třídy 3000.
3. Experimentální část
 - Příprava zkušebního materiálu.
 - Fázově strukturní analýza.
 - Optimalizace parametrů kontilití vzhledem k požadavkům na vlastnosti materiálu.
4. Vyhodnocení výsledků, diskuse
5. Závěr
6. Literatura
7. Použité značky, jednotky a symboly

Seznam doporučené odborné literatury:

- 1) Handbook of Aluminum, Vol.1. Physical Metallurgy and Processes. Edited by G. E. Totten and D. S. MacKenzie. 2003, Marcel Dekker, Inc., 1310 s. ISBN:0-8247-0494-0.
- 2) Handbook of Aluminum, Vol.2. Alloy production and materials manufacturing. Edited by G. E. Totten and D. S. MacKenzie. 2003, Marcel Dekker, Inc., 736 s. ISBN: 0824708962.
- 3) publikace k tématu v odborných časopisech (Intermetallics, Acta Materialia, Scripta Materialia, atd.)
- 4) MICHNA, Š. a kol.: Encyklopedie hliníku. Adin s.r.o., Prešov, 2005, 700s. ISBN 80-89041-88-4

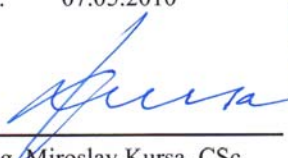
Formální náležitosti a rozsah diplomové práce stanoví pokyny pro vypracování zveřejněné na webových stránkách fakulty.

Vedoucí diplomové práce: **doc. Dr.Ing. Monika Losertová**

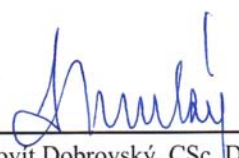
Datum zadání: 30.11.2009

Datum odevzdání: 07.05.2010





prof. Ing. Miroslav Kursá, CSc.
vedoucí katedry



prof. Ing. Ludovít Dobrovský, CSc., Dr.h.c.
děkan fakulty

Zásady pro vypracování diplomové práce

I.

Diplomovou prací (dále jen DP) se ověřují vědomosti a dovednosti, které student získal během studia, a jeho schopnosti využívat je při řešení teoretických i praktických problémů.

II.

Uspořádání diplomové práce:

- | | |
|--|------------------------------|
| 1. Titulní list + zásady pro vypracování DP | 5. Textová část DP |
| 2. Prohlášení + místopřísežné prohlášení | 6. Seznam použité literatury |
| 3. Abstrakt + klíčová slova česky a anglicky | 7. Přílohy |
| 4. Obsah DP | |

ad 1) Titulním listem je originál zadání DP, který student obdrží na své oborové katedře. Za titulním listem následují tyto „Zásady pro vypracování diplomové práce“.

ad 2) Prohlášení + místopřísežné prohlášení napsané na zvláštním listě (student jej obdrží na své oborové katedře) a vlastnoručně podepsané studentem s uvedením data odevzdání DP. *V případě, že DP vychází ze spolupráce s jinými právníckými a fyzickými osobami a obsahuje citlivé údaje, je na zvláštním listě vloženo prohlášení spolupracující právnícké nebo fyzické osoby o souhlasu se zveřejněním DP.*

ad 3) Abstrakt a klíčová slova jsou uvedena na zvláštním listě česky a anglicky v rozsahu max. 1 strany pro obě jazykové verze.

ad 4) Obsah DP se uvádí na zvláštním listě. Zahrnuje názvy všech očíslovaných kapitol, podkapitol a statí textové části DP, odkaz na seznam příloh a seznam použité literatury, s uvedením příslušné stránky. Předpokládá se desetinné číslování.

ad 5)

Textová část DP obvykle zahrnuje:

- Úvod, obsahující charakteristiku řešeného problému a cíle jeho řešení v souladu se zadáním DP;
- Vlastní rozpracování DP (včetně obrázků, tabulek, výpočtů) s dílčími závěry, vhodně členěné do kapitol a podkapitol podle povahy problému;
- Závěr, obsahující celkové hodnocení výsledků DP z hlediska stanoveného zadání.

DP bude zpracována v rozsahu min. 45 stran (včetně obsahu a seznamu použité literatury). Text musí být napsán vhodným textovým editorem počítače po jedné straně bílého nelesklého papíru formátu A4 při respektování následující **doporučené** úpravy - písmo Times New Roman (nebo podobné) 12b; řádkování 1,5; okraje – horní, dolní – 2,5 cm, levý – 3 cm, pravý 2 cm. Fotografie, schémata, obrázky, tabulky musí být očíslovány a musí na ně být v textu poukázáno. Budou zařazeny průběžně v textu, pouze je-li to nezbytně nutné, jako přílohy (viz ad 7).

Odborná terminologie práce musí odpovídat platným normám. Všechny výpočty musí být přehledně uspořádány tak, aby každý odborník byl schopen přezkoušet jejich správnost. U

vzorců, údajů a hodnot převzatých z odborné literatury nebo z praxe musí být uveden jejich pramen - u literatury citován číselným odkazem (v hranatých závorkách) na seznam použité literatury.

Nedostatky ve způsobu vyjadřování, nedostatky gramatické, neopravené chyby v textu mohou snížit klasifikaci práce.

- ad 6) DP bude obsahovat alespoň 15 literárních odkazů, z toho nejméně 5 v některém ze světových jazyků.

Seznam použité literatury se píše na zvláštním listě. **Citaci literatury je nutno uvádět důsledně v souladu s ČSN ISO 690.** Na práce uvedené v seznamu použité literatury musí být uveden odkaz v textu DP.

- ad 7) Přílohy budou obsahovat jen ty části (speciální výpočty, zdrojové texty programů aj.), které nelze vhodně včlenit do vlastní textové části např. z důvodu ztráty srozumitelnosti.

III.

Diplomovou práci student odevzdá ve dvou knihařsky svázaných vyhotoveních, pokud katedra garantující studijní obor neurčí jiný počet. Vnější desky budou označeny takto:

nahoře: *Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava*
Fakulta metalurgie a materiálového inženýrství
Katedra

uprostřed: *DIPLOMOVÁ PRÁCE*

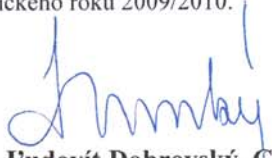
dole: *Rok* *Jméno a příjmení*

Kromě těchto dvou knihařsky svázaných výtisků odevzdá student kompletní práci také v elektronické formě do IS EDISON včetně abstraktu a klíčových slov v češtině a angličtině.

IV.

Diplomová práce, která neodpovídá těmto zásadám, nemůže být přijata k obhajobě. Tyto zásady jsou závazné pro studenty všech studijních programů a forem magisterského, resp. navazujícího magisterského studia fakulty metalurgie a materiálového inženýrství Vysoké školy báňské – Technické univerzity Ostrava od akademického roku 2009/2010.

Ostrava 30. 11. 2009


Prof. Ing. Ludovít Dobrovský, CSc., Dr.h.c.
děkan fakulty metalurgie a materiálového inženýrství
VŠB-TU Ostrava

PROHLÁŠENÍ

Prohlašuji, že

- jsem byl(a) seznámen(a) s tím, že na moji diplomovou práci se plně vztahuje zákon č. 121/2000 Sb. - autorský zákon, zejména §35 - užití díla v rámci občanských a náboženských obřadů, v rámci školních představení a užití díla školního (§60 - školní dílo);
- beru na vědomí, že Vysoká škola báňská - Technická univerzita Ostrava (dále jen VŠB - TUO) má právo nevýdělečně ke své vnitřní potřebě diplomovou práci užít (§35 odst. 3);
- souhlasím s tím, že diplomová práce bude archivována v elektronické formě v databázi Ústřední knihovny VŠB - TUO a jeden výtisk bude uložen u vedoucího diplomové práce. Souhlasím s tím, že údaje o diplomové práci budou zveřejněny v informačním systému VŠB-TUO;
- bylo sjednáno, že s VŠB - TUO, v případě zájmu z její strany, uzavřu licenční smlouvu s oprávněním užít dílo v rozsahu §12 odst. 4 autorského zákona;
- bylo sjednáno, že užít své dílo - diplomovou práci nebo poskytnout licenci k jejímu využití mohu jen se souhlasem VŠB - TUO, která je oprávněna v takovém případě ode mne požadovat přiměřený příspěvek na úhradu nákladů, které byly VŠB - TUO na vytvoření díla vynaloženy (až do jejich skutečné výše);
- beru na vědomí, že odevzdáním své diplomové práce souhlasím s jejím zveřejněním podle zákona č. 111/1998Sb., o vysokých školách a o změně a doplnění dalších zákonů (Zákon o vysokých školách) bez ohledu na výsledek její obhajoby.

Místopřísežně prohlašuji, že jsem celou diplomovou práci vypracoval(a) samostatně.

V Ostravě 7.5.2010

.....alexandra Janková.....
podpis (jméno a příjmení studenta)

Poděkování

V prvé řadě bych ráda poděkovala své vedoucí diplomové práce Doc. Dr. Ing. Monice Losertové, za odborné vedení a cenné připomínky při zpracování a vyhodnocování experimentálních výsledků. Dále děkuji pracovníkům vývojového oddělení firmy Al Invest Břidličná, a.s., zejména pak panu Ing. Zdeňkovi Juříčkovi, s nímž jsem spolupracovala a konzultovala praxi na kontilitě.

Abstract:

The study of microstructure was performed on twin-roll-casted AW-3003 alloy that is used as heat exchangers in automotive industry. The different defects are commonly found in the alloy microstructure which two of them, cross-stripped microstructure and central segregation were investigated. Obtained input data led to necessity of separation force measurement and phase analysis of sheet microstructure. Results of metallographic study of matrix and eutectics showed that Fe segregates in intermetallic phases and other alloying elements like Mn, Si and Zn segregate in to the eutectics with lower amount dissolved in solid solution. Based on the separation forces measurement it was found that zones are free-defect in conditions of higher loading of rolls. The values of separation forces will be used in building up of defect limit diagram that enables to optimise the twin roll casting parameters and obtain defect free structure.

Key words: AW-3003, cross-stripped microstructure, segregation, solidification, twin roll casting, separation forces

Abstrakt:

Bylo provedeno studium mikrostruktury slitiny AW-3003 na kontilití, která je používána pro výměníky tepla v automobilovém průmyslu. V mikrostruktuře slitiny se vyskytují po odlévání různé vady, z nichž dvě, příčně pruhovitá struktura a centrální segregace byly podrobněji sledovány. Shromážděné vstupní údaje vyvolaly nutnost měření separačních sil při krystalizaci a fázový rozbor mikrostruktury. Byla provedena mikroanalýza matrice a eutektik, z níž vyplývá, že Fe se vylučuje ve fázích a Mn, Si, Zn se vydělují převážně do eutektik a menší část je rozpuštěna v tuhém roztoku. Na základě měření separačních sil bylo zjištěno, že oblast je bez defektů při vyšších zatíženích lící stolice. Z výsledků měření separačních sil bude v následné etapě sestaven limitní diagram vad, který umožní optimalizaci parametrů lití na kontilití a strukturu bez vad.

Klíčová slova: AW-3003, příčně pruhovitá struktura, segregace, krystalizace, kontilití, separační síly

Obsah

1.	Úvod	3
2.	Teoretická část	4
2.1.	Technologie kontilití	4
2.2.	Krystalizace při kontilití	6
2.1.1.	Princip krystalizace	6
2.1.2.	Vliv očkovačla TiB_2 na mikrostrukturu litého pásu	7
2.1.3.	Krystalizace se vznikem příčné pruhovitosti	10
2.3.	Základní vlastnosti hliníkové slitiny 3000	11
2.1.4.	Rozpustnost prvků v Al	13
2.1.5.	Vliv vybraných prvků na vlastnosti Al	13
2.1.6.	Fázový diagram Al- Mn a jeho fáze	15
2.1.7.	Intermetalické fáze v hliníkových slitinách	16
2.1.8.	Tepelné zpracování slitin AW-3000	20
2.4.	Vady v odlitcích	21
2.1.9.	Povrchové vady	21
2.1.10.	Vnitřní vady	23
2.1.11.	Studené svary	25
3.	Experimentální část	27
3.1.	Vstup do problematiky	27
3.2.	Metodika experimentálních měření	30
2.1.12.	Světelná mikroskopie	30
2.1.13.	Rastrovací elektronová mikroskopie	30
2.1.14.	Mapa výskytu vad	30
3.3.	Příprava vzorků pro metalografické studium	33
4.	Výsledky a diskuse	35
4.1.	Výskyt vad ve slitině AW-3003	35
4.2.	Fázová analýza	41
4.3.	Měření separačních sil	49
4.4.	Sledované parametry lití	52
5.	Závěr	54
6.	Literatura	55
7.	Použité značky, jednotky a symboly	56

1. Úvod

Slitiny hliníku jsou dnes běžně využívány v odvětvích průmyslu, jako je potravinářský, stavebnictví a automobilový. Hliníkové slitiny můžeme odlévat různými metodami, jednou z nich je kontinuální odlévání pásů.

Kontinuální odlévání pásů bylo použito téměř před 60 lety v průmyslovém odvětví hliníku. Kontilití je osvědčenou technologií pro výrobu tenkého hliníkového plechu přímým litím z taveniny. Výhody této metody oproti DC lití je nepřetržité lití a tím snížení nákladů, úspory energie a snížení vnitřních ztrát materiálů při ořezech. V podstatě tavenina pomocí podávacího ústrojí vtéká mezi dva vnitřně vodou chlazené válce, tavenina v tomto prostoru krystalizuje, poté vyjíždí utuhlý pás o různé tloušťce. U tohoto typu odlévání je malý rozsah používaných slitin. Používají se méně legované slitiny s nízkým obsahem legujících prvků.

Pro hliníkové fólie, které se používají do výměníků tepla v automobilovém průmyslu, je hlavním legujícím prvkem ve slitině AW-3003 mangan.

I přes obrovský potenciál výroby se mohou vyskytovat různé vady při odlévání, které omezují rozsah provozních podmínek. Tato studie se zaměřila na tři typy konkrétních vad na povrchové výrobky, centrální segregace a „studené svary“.

Cílem této práce je přispět k již probíhajícímu řešení „studených svarů“ u slitiny AW-3003 metalografickými analýzami litých struktur. Charakterizovat vady vznikající na kontilití, které ohrožují celý výrobní proces a tudíž i vlastnosti požadovaného výrobku (polotovaru). Navrhnout opatření a optimalizovat proces lití, který by zabránil vzniku vad.

Očekávaným přínosem je homogenní struktura bez defektů.

2. Teoretická část

2.1. Technologie kontilití

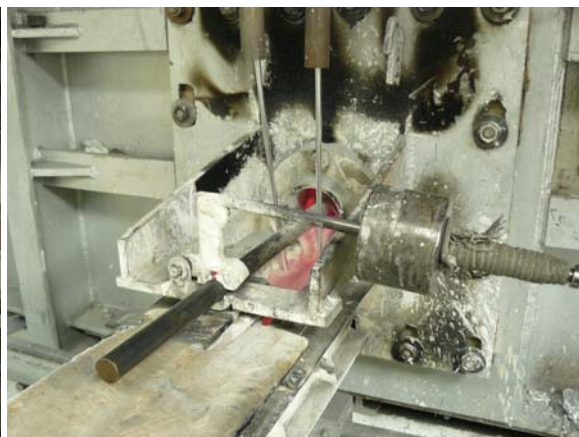
Podstata procesu tavení a lití pásů spočívá ve třech hlavních krocích, a to natavení vsázky v plynové peci, dále její přelití a ustálení v ustalovací elektrické peci a následná krystalizace na lici soustavě.

Plynová tavící pec, která slouží k natavení hliníkových slitin, je stabilní konstrukce a je opatřena dvěma hořáky se samostatným řídicím systémem spalování.

Vsázka tvořena ingotky hliníku a kusovým odpadem se nataví a poté **předrafinuje**. Účelem předrafinace je odstranění oxidů a vměstků z taveniny, při které se na hladinu taveniny nahodí krycí sůl a celý objem taveniny se promíchá. Při fyzikálně-chemické reakci vyplavou oxidy na povrch, vytvoří silnou vrstvu, která se v podobě stěrů z hladiny stáhne. Dalším krokem je **legování**, kde dosahujeme požadovaného chemického složení, které je důležité pro vlastností finálního výrobku. Při rafinaci při 760°C, která následuje po legování, vyplouvají pomocí jemných bublinek argonu a kapek roztavené rafinační soli částice oxidů a rozpuštěný vodík z taveniny. Po rafinaci je nezbytné ustálení, při kterém vyplave na hladinu veškerá sůl.



Obr. 1. Keramické filtry



Obr. 2. Očkování TiB_2 do taveniny

Posledním krokem v plynové peci je **přelévání** kovu do ustalovací elektrické pece, které se provádí pomocí sifonu. Při tomto kroku se nesmí výrazně změnit teplota, přičemž povolená přípustná míra je $\pm 5^\circ\text{C}$. Při nedodržení těchto zásad hrozí, že se na odléváním pásu objeví vady. Ustalovací pec představuje stacionární elektrické zařízení, ve kterém se udržuje teplota kovu na 750°C až 760°C a po určité době je z něj slitina vypuštěna do lici soustavy.

Před vypuštěním taveniny do **žlábků** je žlábek řádně nahřát na požadovanou teplotu 500 – 600°C. Tavenina dále plynule proudí přes dva **keramické filtry** (obr.1), před nimiž se tavenina očkuje pomocí drátu na bázi **AlTi₃B₁** (obr.2), který se pomalu rozpouští v tavenině. Vtoková soustava včetně **licí krabice** se naplní roztavenou slitinou do výšky po spodní desku trysky (obr.3). Průtokem taveniny směrem ven z licí krabice do přepadové nádržky se předejde celé vtokové soustavě, takže teplota taveniny v licí krabici je stabilizována na teplotu 710°C. Hladina taveniny v licí krabici nesmí klesnout pod spodní hranu horní desky trysky, protože vznikající oxidy by do ní byly vtahovány, což je nežádoucí. Licí tryskou vytéká slitina mezi dva ocelové válce a začíná proces **krystalizace**. Utuhnutý pás (obr.4) hliníkové slitiny se navíjí na cívku.



Obr.3. Licí tryska



Obr.4. Celkový pohled na pás hliníkové slitiny vycházející z kontilití

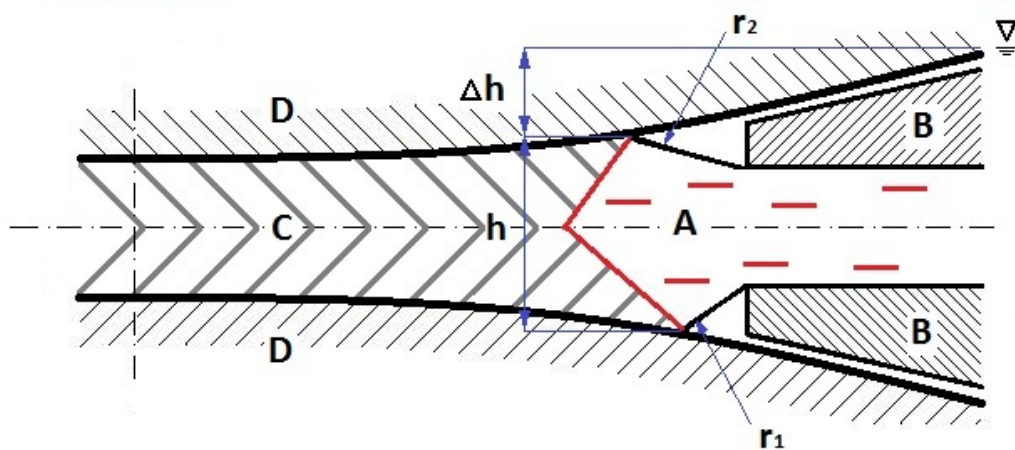
2.2. Krystalizace při kontilití

Proces tuhnutí neboli krystalizace určuje fyzikální, mechanické a technologické vlastnosti, proto je velmi důležitá jeho optimalizace při výrobě polotovarů. Tuhnutí roztaveného kovu ovlivňuje morfologii mikrostruktury a licí vady. Parametry odlévání a chemické složení slitiny silně ovlivňují dosažené mechanické vlastnosti odlitku.

Přítomnost přísad ovlivňuje fyzikální vlastnosti taveniny jako jsou viskozita, povrchové napětí, charakter oxidických vrstev na povrchu apod. Je známo, že lití pásu hliníkových slitin legovaných manganem je obtížnější než lití čistého hliníku. Velmi důležitým faktorem je rovněž velikost intervalu tuhnutí, tedy rozpětí mezi solidem a likvidem v binárním diagramu, které se může s obsahem příměsí zvětšovat.

2.2.1. Princip krystalizace

Proces tuhnutí začíná na výstupu taveniny z trysky mezi válce, jak je znázorněno schématicky na obrázku 5. Rozhraní solidus -likvidus je vyznačeno červenou barvou a představuje frontu krystalizace, která rozděluje slitinu na fázi tekutou (červeně- napravo) a tuhou (šedé pásy směrem do středu- nalevo).



Obr. 5. Vstup taveniny mezi válce (A- tavenina, B- tryska, C- utuhlý pás, D- válce)

Výška hladiny v licí krabici určuje velikost metalostatického tlaku, který ovlivňuje spolu s povrchovým napětím zakřivení volného povrchu taveniny. Metalostatické tlaky pro oba volné povrchy tj. horní a spodní jsou různé, proto jsou i různé poloměry jejich zakřivení. Tyto poloměry r_1 a r_2 lze vyjádřit vztahy (1) a (2) [1].

$$r_1 = \frac{2\sigma}{(h + \Delta h)g\rho} \quad (1)$$

$$r_2 = \frac{2\sigma}{hg\rho} \quad (2)$$

kde	σ	povrchové napětí [N/m]
	h	výška sloupce taveniny při horním povrchu [m]
	Δh	rozdíl výšky sloupce taveniny mezi horním a dolním povrchem [m]
	γ	měrná hmotnost taveniny $2,4 \cdot 10^3$ [kg/m ³]
	g	gravitační zrychlení [m/s ²]

Z výpočtů poloměrů zakřivení [1] vyplývá, že zakřivení horního povrchu je větší než u spodního a tedy změnou metalostatického tlaku bude r_2 více ovlivněn. Začátek krystalizační fronty na horní straně se tedy posouvá k ose válců neboli směrem od trysky. Proto se v praxi prodlužuje spodní ret trysky o několik milimetrů, ovšem ani tato úprava trysky nemusí zajistit souměrnou krystalizační frontu.

Kontilití představuje velmi rychlou krystalizaci, neboť teplo se odvádí jednak do válců a jednak do již tuhého pásu. U legovaných slitin s nízkým obsahem příměsí vzniká dendritická struktura, která je doprovázena segregačními jevy. Při vyšších obsazích legujících prvků je nutné zvýšit teplotní gradient v tavenině před frontou krystalizace tak, aby tuhnutí proběhlo ve stejně dlouhém úseku za tryskou jako u čistého hliníku. Rovněž při této krystalizaci budou vlivem segregačních jevů vznikat útvary fází, povrchové a vnitřní vady. Ve směru největšího odvodu tepla (největší teplotní gradient) budou růst dendrity nejrychleji a může převažovat růst hlavní osy, takže sekundární větve dendritů jsou potlačeny. Pokud dochází k nukleaci na stěnách válce, vzniká šikmo od jeho povrchu až do středu pásu takzvaná kolumnární struktura. Má-li vzniknout homogenní jemnozrná struktura, musí být v celém objemu taveniny dostatečné množství heterogenních zárodků.

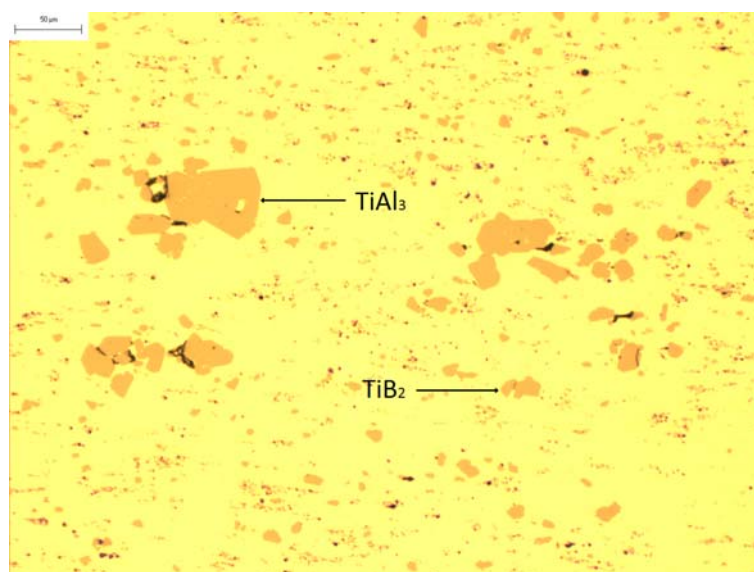
2.2.2. Vliv očkovadla TiB₂ na mikrostrukturu litého pásu

Lepších mechanických vlastností litého pasu pro další zpracování je možno dosáhnout zjemněním zrna, pro které je podmínkou velké množství krystalizačních zárodků v tavenině a dostatečné podchlazení.

Při tuhnutí hliníkových slitin mohou vznikat tři odlišné morfologie zrn: rovnoosá, kolumnární (sloupcovitá) a dvojčatěná sloupcovitá. Potlačení vzniku sloupcovitých zrn a docílení jemnozrné struktury litých pasů je podmíněno vysokou schopností taveniny

tvořit krystalizační zárodky a dostatečným podchlazením v tavenině před krystalizační frontou. První podmínka závisí na chemickém složení taveniny a přítomnosti krystalizačních center, kdy může probíhat buď homogenní, nebo heterogenní nukleace. Druhá podmínka je dána rychlostí ochlazování, která závisí na provozním zařízení, a lze ji jen málo měnit. Pro přípravu jemnozrnné struktury je výhodné využít heterogenní nukleace pomocí vhodných očkovacích (krystalizačních) přísad pro tvorbu zárodků. U hliníku jsou takovými vhodnými přísadami předslitiny na bázi AlTiB. Pro docílení jemnozrnné struktury se obvykle přidává v takovém množství, aby byl dosažen zjemňující účinek homogenně v celém objemu pásu (typický obsah titanu cca 0,02% pro kontilitu v AIB).

Přidáním předslitiny na bázi Al-Ti-B dochází ke změnám směru růstu zrn a jejich velikosti, zrna jsou jemnější, struktura homogennější. Bylo potvrzeno, že bez této předslitiny je struktura hrubozrnná, přičemž zrna rostou ve směru teplotního gradientu a ve středu pásu se objevuje středové odmíšení nečistot a příměsí.



Obr. 6. Částice TiAl_3 a TiB_2

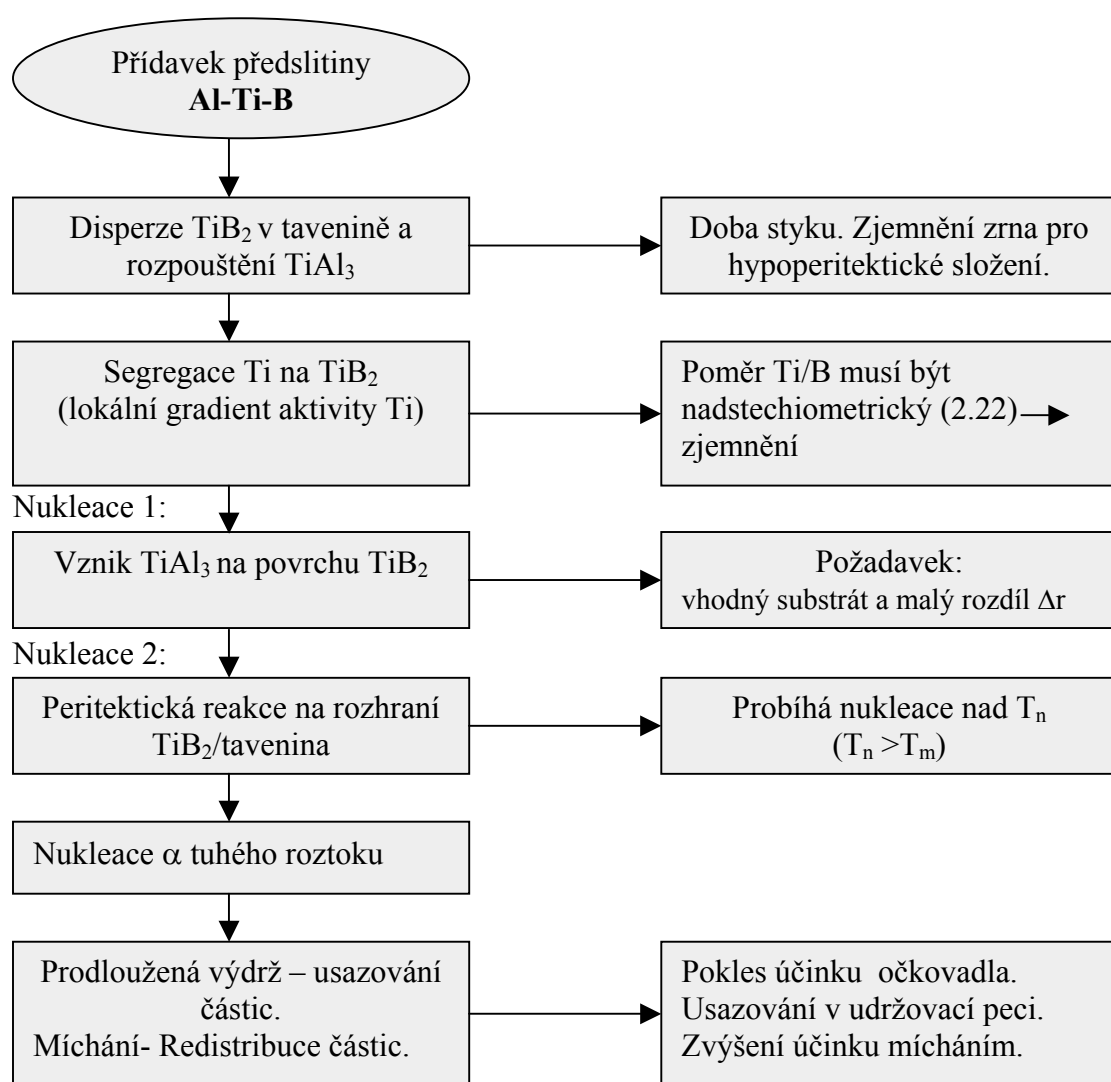
Předslitina, která může být v podobě drátu nebo housek, je tvořena hliníkovou maticí, v níž se vyskytují částice TiAl_3 a TiB_2 (obr.6). Částice TiAl_3 jsou v hliníku nebo hliníkových slitinách rozpustné a jejich velikost se pohybuje v rozmezí 25-75 μm . Částice TiB_2 jsou v tekutém hliníku stabilní a mají nízkou rozpustnost, i když slitina neobsahuje žádný rozpuštěný titan. V tenké vrstvě na povrchu TiB_2 vzniká TiAl_3 , který přes peritektickou reakci přechází na α tuhý roztok [2]. Schématicky je celý nukleační

proces znázorněn na obrázku 7. Částice na bázi TiB_2 dosahují mnohem menší velikosti (0,1 - 2 μm).

Měrná hmotnost částic TiB_2 (4,3g/cm³) je vyšší než roztavený hliník (2,3g/cm³). Rozdíl v měrné hmotnosti může mít negativní účinky. Jemné částičky TiB_2 , které projdou filtrem, putují dále do lící krabice, kde se usazují. Tyto usazené částičky tvoří shluky, které mohou vplout do lící trysky, tam již na nich může začít nukleovat matrice a vytvoří se tzv. plovoucí zrno. Nukleace probíhá ještě před krystalizační frontou.

TECHNOLOGICKÝ PROCES

POZOROVÁNÍ



Obr. 7. Schéma mechanismu zjemnění zrna při nukleaci z taveniny hliníkové slitiny (upraveno podle) [2]

2.2.3. Krystalizace se vznikem příčné pruhovitosti

Typickým projevem v makro i mikrostruktuře u kontilitých slitin je tzv. příčná pruhovitost, při které se jemná rovnoosá zrna střídají s pásmy směrově rostoucích krystalů na povrchu litého pásu. Mezi válcem a pásem vzniká periodicky mezera v důsledku smrštění. V závislosti na velikosti podchlazení a rychlosti odvodu tepla se rychlost růstu v průběhu krystalizace mění.

Proces tuhnutí lze rozdělit na dvě etapy, a to na dotyk taveniny s válcem a smrštění taveniny, kdy se utuhlý pás nedotýká válců. Pro zjednodušení jsou tyto etapy krystalizace popsány pouze pro spodní povrch pásu.

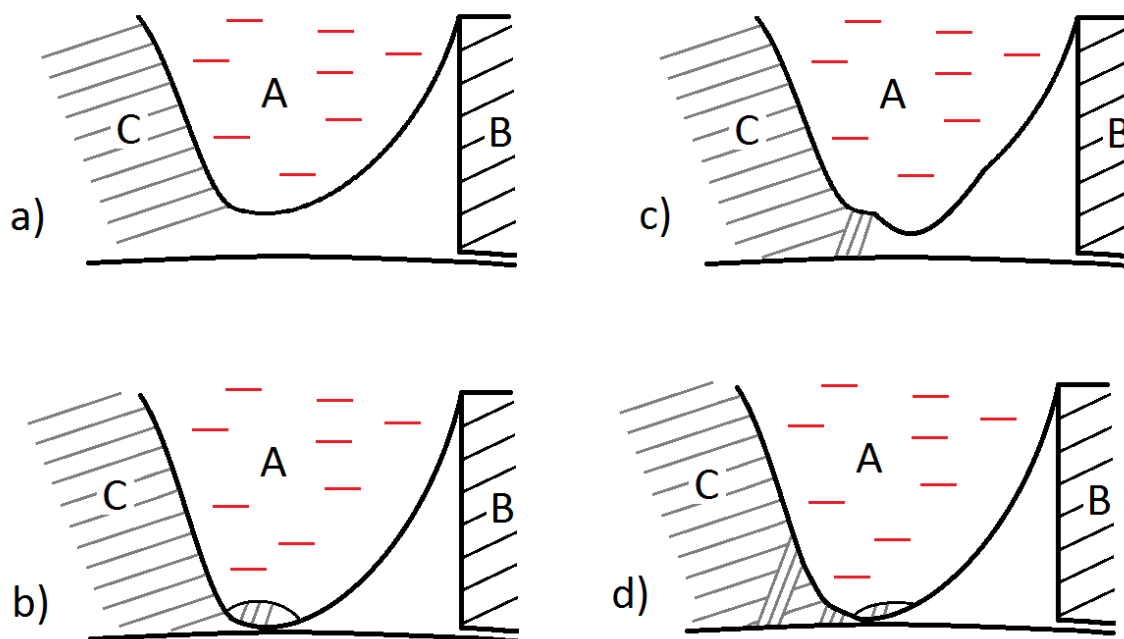
Po výstupu z trysky se tavenina pokryta povrchovou oxidickou vrstvičkou zatím s povrchem válce nestýká, i když je metalostatickým tlakem poněkud prohnutá. Odvod tepla probíhá ve směru lití, krystalizační fronta bude strmá a kolumnární krystaly budou růst ve směru gradientu kolmo k frontě krystalizace. Obr. 8a).

V okamžiku styku taveniny s válcem vzniká v důsledku podchlazení velké množství zárodků a v důsledku odvodu tepla do válců budou od povrchu směrem do taveniny růst drobná zrna dendritického charakteru a určité množství taveniny zatuhne. Vzhledem ke snadnému odvodu tepla do válců bude směr růstu strmý a úhel α_1 velký. Obr. 8b).

Vlivem smrštění slitiny při tuhnutí se ztuhlý pás nedotýká povrchu válce (vzniká mezera) a k odvodu tepla dochází pouze přes tento zatuhlý materiál. Obr. 8c)

Směrový růst struktury směrem od válců i od oblasti smrštění pokračuje a v místě jejich styku se objeví zvýšené množství eutektik.

S postupem směrového růstu se rychlost ochlazování zpomaluje z důsledku snižujícího se odvodu tepla. Tím se bude měnit sklon krystalizační fronty a mezera se bude zmenšovat. V určitém okamžiku se tavenina dotkne povrchu válce a podmínky krystalizace se skokem změní. Růst zrn probíhá opět směrem od válce, nejprve podél zakřivení povrchové vrstvičky. Periodicita struktury je vytvářena směrovým růstem v době odtržení krystalizační fronty od povrchu válce a odlišnou krystalizací (s jiným gradientem) v bodě dotyku taveniny s válcem. Obr. 8d)



Obr. 8. Krystalizace se vznikem příčné pruhovitosti

Tento mechanismus se vyskytuje i při krystalizaci na horním povrchu pásu, pokud je metalostatický tlak dostatečně vysoký.

Příčná pruhovitost vznikající výše popsaným mechanismem krystalizace může u středně legovaných slitin vést až k přítomnosti tzv. studených svarů v litém pásu, které budou podrobněji popsány v kapitole 2.4.3.

2.3. Základní vlastnosti hliníkové slitiny 3000

Tvářitelné slitiny série 3000, které obsahují mangan v rozmezí 0,05 až 1,8 hm.% [3] se tepelně nevytvrzují. Mangan zpevňuje hliníkové slitiny tuhým roztokem, účinnějšího zpevnění je dosaženo při deformaci za studena. Tyto slitiny se zpracovávají válcováním na plechy, pásy a fólie o tloušťce menší než 0,15 mm a nacházejí uplatnění jako výměníky tepla nebo architektonické prvky.

Slitiny 3000 se označují podle ČSN EN 573-3 jako EN AW-3000, kde EN je předpona následovaná mezerou, písmeno A určuje hliník, písmeno W určuje tvářené výrobky a čtyři číslice označují chemické složení.

Čtyřmístné číselné označení udává sérii hliníkových slitin, v tomto případě jako první číslice zařazuje slitinu do třídy 3000, kde hlavní legující prvek je mangan. Ostatní tři

číslice označují další legující prvky ve slitině, jako například pro AlMn1Cu je označení 3003.

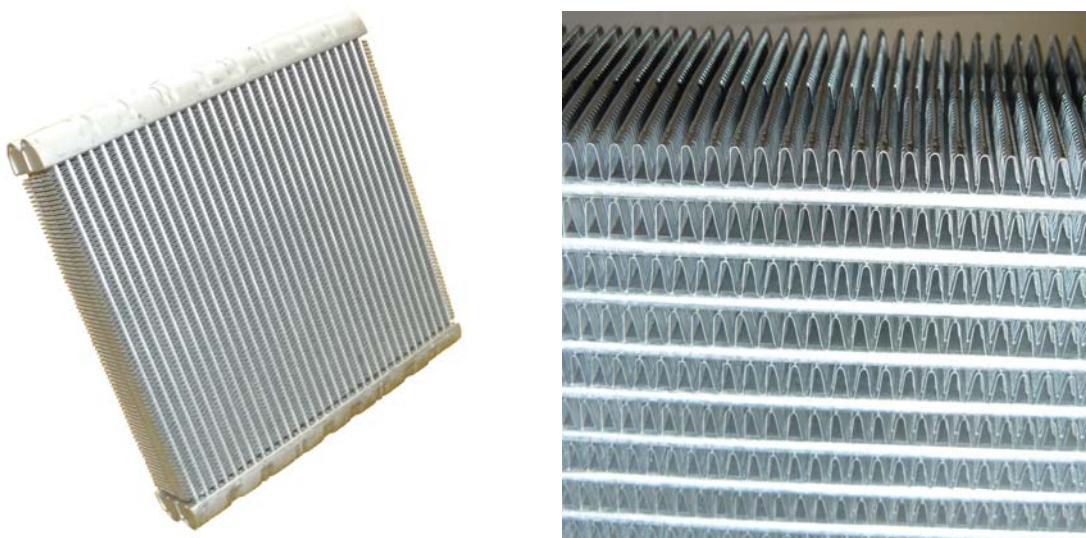
Rozmezí obsahu jednotlivých prvků u slitin AW-3003 podle platné evropské normy EN-573-3 je uvedeno v tab. 1.

Tab. 1 Chemické složení slitiny AW-3003 dle EN-5733 [hm%].

Slitina		Mn	Si	Fe	Cu	Mg	Zn	Ti
AW-3003	min	1,0	-	-	0,05	-	-	-
	max	1,5	0,6	0,7	0,20	0,05	0,10	0,05

Hliníkové slitiny třídy 3000 díky své vysoké specifické pevnosti, dobré odolnosti proti korozi, dobré tvářitelnosti a vysoké tepelné vodivosti jsou široce využívány na výměníky tepla pro vytápěcí a chladicí systémy v automobilovém průmyslu.

Slitinové fólie na výrobu výměníků tepla (obr. 9.) se u zákazníků tvarují a s dalšími komponenty pájejí při teplotě kolem 600°C. Pájení se provádí buď ve vakuu, nebo v ochranné atmosféře s použitím tavidla. Výsledné vlastnosti fólií jsou ovlivněny použitými legujícími prvky. Nejčastěji se používá slitina 3003, to je *AlMn1Cu* [18].



Obr. 9. Výměník tepla

2.3.1. Rozpustnost prvků v Al

Maximální rozpustnost Mn v Al je 0,62 at.% při eutektické teplotě $658 \pm 1^\circ\text{C}$ [4]. Další autoři uvádějí rozpustnost Mn vyšší, až 0,7 at.% Mn nebo 0,9 at.% Mn [5] a [6], která při teplotě 500°C klesne na 0,15 at.% Mn [7]. Rozpustnost Mn v tuhém roztoku je značně omezena přítomností zinku. Při obsahu 2 hm.% ve slitině se rozpustnost manganu sníží z 1 hm.% na 0,1 hm.% při teplotě 527°C , pokud je zinku 10 hm.% klesne rozpustnost Mn až na 0,01 hm.%. Přítomnost Zn tedy podporuje precipitaci intermetalické fáze MnAl_6 [8].

Maximální rozpustnost mědi v tuhém roztoku hliníku je za rovnovážných podmínek 2,48 at.% (5,7 hm.%) Cu při teplotě eutektické reakce $548,2^\circ\text{C}$ [9] a [10], která při teplotě 250°C klesá na 0,1 – 0,2 at.% Cu [5].

Maximální rovnovážná rozpustnost Si v Al je $1,5 \pm 0,1$ at.% při eutektické teplotě a snižuje se na 0,05 at.% Si při 300°C [9] a [10]. Rozpustnost Si v Al může být zvýšená pomocí rychlé solidifikace taveniny Al do tenkých pásků. V tomto případě je možné dosáhnout rozpustnosti až 11 ± 1 at.% Si v tuhém roztoku Al [5].

Při 655°C se Fe rozpouští v hliníku maximálně do koncentrace 0,03 at.%. Tato rozpustnost prudce klesá až na 0,001 at.% při 400°C [11]. V roztaveném stavu přibližně 50°C nad teplotou tavení probíhá v tavenině shlukování atomů (clustering) a rozdělení atomů je nahodilé. Při teplotě eutektické přeměny je dominantní fází FeAl_3 , která vzniká prakticky přímo z taveniny při koncentraci 25 at.% Fe a teplotě cca 1160°C .

Při rychlém ochlazování tavenin bohatších na hliník, mohou vzniknout dvě metastabilní sloučeniny: FeAl_6 precipituje při pomalejší rychlosti ochlazování, a Fe_2Al_9 se vylučuje při vysoké rychlosti ochlazování. Rozpustnost Fe v Al je možné zvýšit rychlým ochlazením taveniny, kdy tuhý roztok obsahuje až 4,4 at.% Fe, avšak je přesycený a metastabilní.

Rozpustnost Zn se zvyšuje z 1,86 at.% při 100°C na 16,5 at.% při eutektoidní teplotě 277°C a dosahuje při stejné teplotě až 59 at.%. Maximální rozpustnost Zn v Al je 67 ± 1 at.% při teplotě 381°C [9] a [10].

2.3.2. Vliv vybraných prvků na vlastnosti Al

Mangan ve slitinách hliníku zvyšuje pevnost a odolnost proti interkrystalické korozi a korozi pod napětím, při větší koncentraci však zvyšuje křehkost a zhoršuje slévateľnost. Obsah manganu se ve slitinách hliníku pohybuje v rozmezí od 0,1 hm.%

do 1,5 hm.%. V menších obsazích se Mn přidává do tepelně vytvrditelných, zatímco tepelně nezpevněné slitiny obsahují mangan v množství okolo 1 až 1,5 hm.% (literatura handbook 2). Pokud je mangan rozpuštěný v roztoku, zvyšuje pevnost tvářených slitin. Při vyšších koncentracích se Mn vylučuje už ve formě intermetalických fází a snižuje tak plasticitu slitiny.

Měď patří k nejdůležitějším legujícím prvkům ve slitinách hliníku, do kterých je přidávána zejména pro zvýšení tvrdosti. Nárůst tvrdosti i pevnosti ve slitinách však závisí na rozdělení mědi. Při tepelném vytvrzení stárnutím se měď může vylučovat buď do Guinier Prestonových zón (I nebo II), nebo do precipitátu fáze θ . Přídavek Cu nepříznivě ovlivňuje korozivzdornost.

Zinek ve spojení s Mg nebo Cu výrazně zvyšuje pevnost slitin hliníku avšak při obsahu Zn nad 60 hm.% mají slitiny schopnost superplasticity. Vysokopevnostní slitiny se zinkem má nižší odolnost proti koroznímu praskání pod napětím [12].

Křemík je po železe druhá nejčastější nečistota v elektrolyticky připraveném hliníku a zvyšuje otěruvzdornost hliníku. Pokud je slitina legovaná Mg (slitiny řady 6xxx), vylučují se v ní částice Mg_2Si . Křemík jako základní prvek Al-Si zajišťuje dobrou tekutost a slévatelnost a snižuje přítomnost licích vad.

Železo je stálou příměsí, resp. nečistotou v hliníku. Ve slitinách ke tváření se obsahu železa pohybují do 0,5 hm.%, při vyšších obsazích zlepšují slévatelnost u slévarenských slitin. Vzhledem k jeho nízké rozpustnosti se vylučuje buď v eutekticích, nebo v intermetalických částicích. Nejškodlivější účinek na mechanické vlastnosti, tedy zvýšení tvrdosti a pevnosti na úkor tažnosti, vykazují částice Al_5FeSi , které mají tvar jehlic a které se vylučují přímo při tuhnutí primárních krystalů.

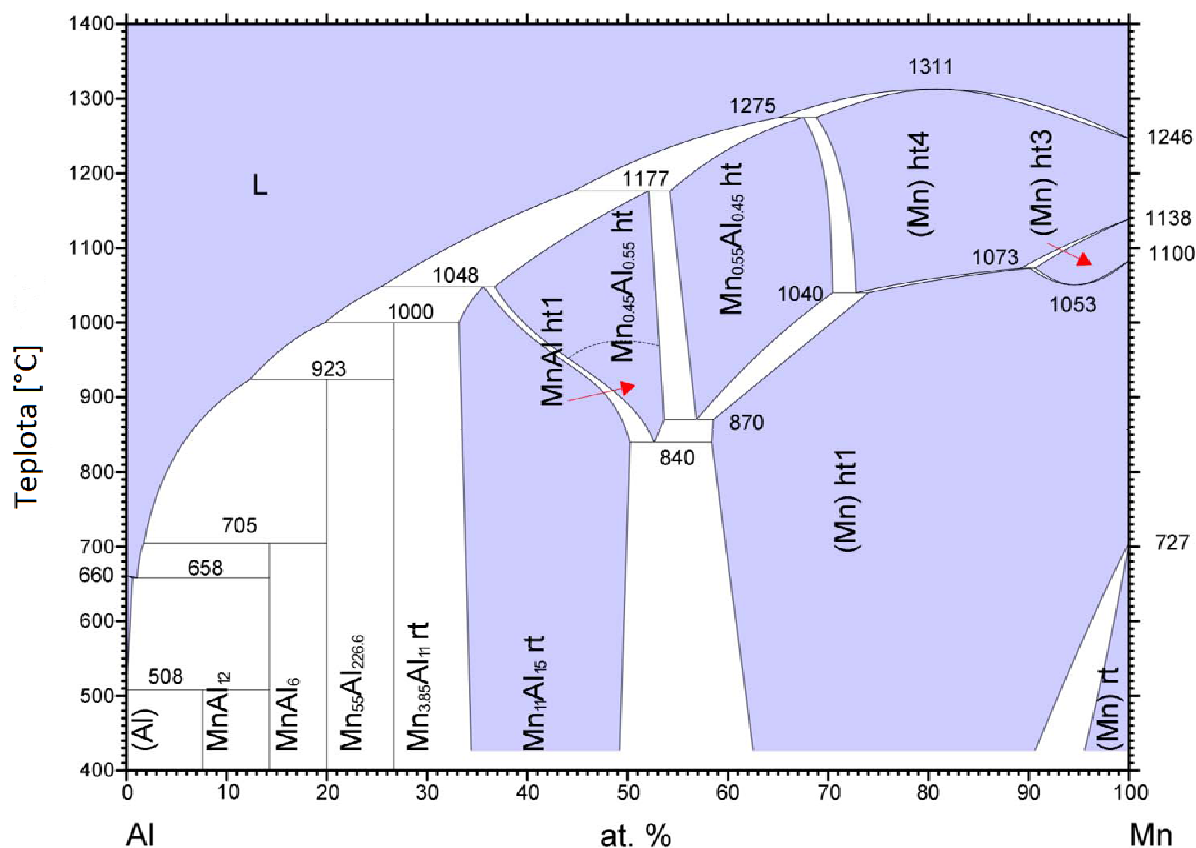
Železo je často přidáváno nechtěně při použití ocelových nástrojů pro tavení a odlévání. Do některých slitin se železo přidává záměrně, i když jeho obsah obvykle nepřesahuje hodnotu 1 hm.%.

U slitin Al-Fe závisí tvářitelnost zejména na velikosti a rozdělení precipitátu $FeAl_3$. Hrubé částice jsou příčinou praskání a snížení tvařitelnosti, jakož i odolnosti proti únavě.

Pro slitiny s obsahem Fe na mezirozpustnosti vyžaduje precipitace teplotu 200 až 300°C nebo velkou deformaci za studena. Pokud jsou slitiny s obsahem Fe vyšším až o dva řády než je maximální rozpustnost v tuhém stavu, zakalení z taveniny proběhne precipitace mnohem rychleji. Při následném stárnutí při nižších teplotách dochází k precipitaci a mohou vznikat GP zóny (I a II) nebo intermetalická fáze δ' s tetragonální mřížkou.

2.3.3. Fázový diagram Al- Mn a jeho fáze.

V systému Al – Mn v oblasti vyšších koncentrací hliníku dochází k mnoha peritektickým reakcím za vzniku celé řady intermetalických fází z taveniny Al – Mn. Rovněž v tuhém stavu probíhá několik peritektoidních reakcí za tvorby dalších fází obr. 10.



Obr. 10. Binární diagram Al-Mn [4].

Maximální rozpustnost manganu 1,5 hm.% při 658°C klesá za přítomnosti jiných prvků (Fe, Si, Cr). Přídavek železa snižuje rozpustnost manganu na 1,25 hm.%, čímž se zvýší pravděpodobnost tvorby velkých primárních částic $\text{Al}_6(\text{Mn}, \text{Fe})$, které nepříznivě ovlivňují tvárnost, proto se u všech slitin 3xxx množství Fe a Si řídí.

Rozdělení manganu ve vícesložkových slitinách je rozdílné a složitější než u binárního systému Al-Mn. Distribuce manganu v dendritických buňkách je následující: koncentrace Mn po hranicích dendritických buněk je mnohem nižší, než je jeho koncentrace ve středu buňky a často dosahuje 0,1 – 0,2%, zatímco ve středu buňky může být obsah Mn až 1%. Ochuzení o mangan bylo prokázáno nejen v blízkosti

dendritických hranic, ale rovněž v okolí vměstků, které neobsahují mangan (v okolí některých eutektických částic). Toto pozorování je v souladu s fázovým diagramem multisložkového systému podle něhož v určitém teplotním intervalu při primární, eutektické a peritektické reakci se tuhý roztok hliníku nejprve obohacuje a následně ochuzuje o mangan. Například v ternárním systému Al-Mn-Si se při ochlazování slitiny v třífázové oblasti $L + (Al) + Al_6Mn$, nebo $\alpha-(Al, Mn, Si)$, se může hranice vymezující chemické složení t.r. Al se může posunout směrem k nižší koncentracím manganu.

V případě nerovnovážného tuhnutí primárního tuhého roztoku hliníku dochází k jeho přesycení manganem, kapalná fáze se o mangan ochuzuje. Výsledkem jsou dendritické buňky z oblastmi ochuzenými o mangan. Nezávisle na mechanismu vzniku se musí vznik takovýchto oblastí projevit na rostoucím podílu fází s vyšším obsahem Mn, na druhé straně vzrůstá podíl oblastí ochuzených o mangan. Průměrná tloušťka těchto oblastí klesá s rostoucí rychlostí tuhnutí, což je možné dát do souvislosti s jemněním dendritických buněk a konstitučních částic.

Slitina 3003 v litém stavu má od 0,7 do 0,9 hm.% manganu v tuhém roztoku, zbytek je přítomen ve fázích jako Al-Mn-Fe a Al-Mn-Fe-Si. Během homogenizace precipitují z přesycené matrice dispersoidní částice $Al_{12}(Mn, Fe)_3Si$ nebo $Al_6(Mn, Fe)$. Pokud je obsah Si menší než 0,07 hm.%, vzniká obvykle dispersoidní fáze $Al_6(Mn, Fe)$. Velikost disperzních částic závisí na teplotních podmínkách homogenizace, ale jejich průměr je obvykle menší než 1 μm .

Kinetika precipitace Mn může být výrazně ovlivněna složením slitiny. Si urychluje precipitaci Mn, čímž vznikne více částic $Al_{12}(Mn, Fe)_3Si$ a sníží se obsah Mn v tuhém roztoku. Při dostatečném množství Si přeměňují se po odlití některé nebo všechny částice $Al_6(Mn, Fe)$ na $Al_{12}(Mn, Fe)_3Si$. Rostoucí poměr Fe/Mn může navíc podporovat v litém stavu vznik alternativní fáze $Al_{13}(Fe, Mn)_4$.

2.3.4. Intermetalické fáze v hliníkových slitinách

Během tuhnutí vznikají v hliníkových slitinách primární fáze intermetalické sloučeniny. Nejčastější intermetalickou fází v hliníkových slitinách jsou fáze se železem, které má omezenou rozpustnost v hliníku.

Z těchto fází nejvíce škodí svými mechanickými vlastnostmi fáze $\beta-Al_5FeSi$, díky svému jehlicovitému tvaru. Tato fáze má nízkou koherenci s hliníkovou maticí. Při vyšší koncentraci manganu vzniká méně škodlivá fáze $\alpha-Al_{15}(Fe, Mn)_3Si_2$, která se podle svého

tvaru označuje jako čínské písmo. Nevýhodou příměsí manganu je zvýšení tvrdosti a množství intermetalických částic pro daný obsah železa, takže pozitivní vliv Mn na modifikaci morfologie intermetalických částic za zvýšení odolnosti proti šíření trhlin je kompenzován zvýšenou křehkostí a zvýšeným podílem α částic [13].

Intermetalická fáze může vznikat při krystalizaci hliníku za vysokých teplot dříve než dojde k tuhnutí dendritů tuhého roztoku Al. Při pokračující krystalizaci se eutektickou reakcí vylučuje komplexní eutektikum, které může tuhnou až při teplotě 480°C. Shrnutí intermetalických fází v Al-Si slitinách je uvedeno v tabulce 2.

Tab. 2. Intermetalické fáze v Al-Si slitinách

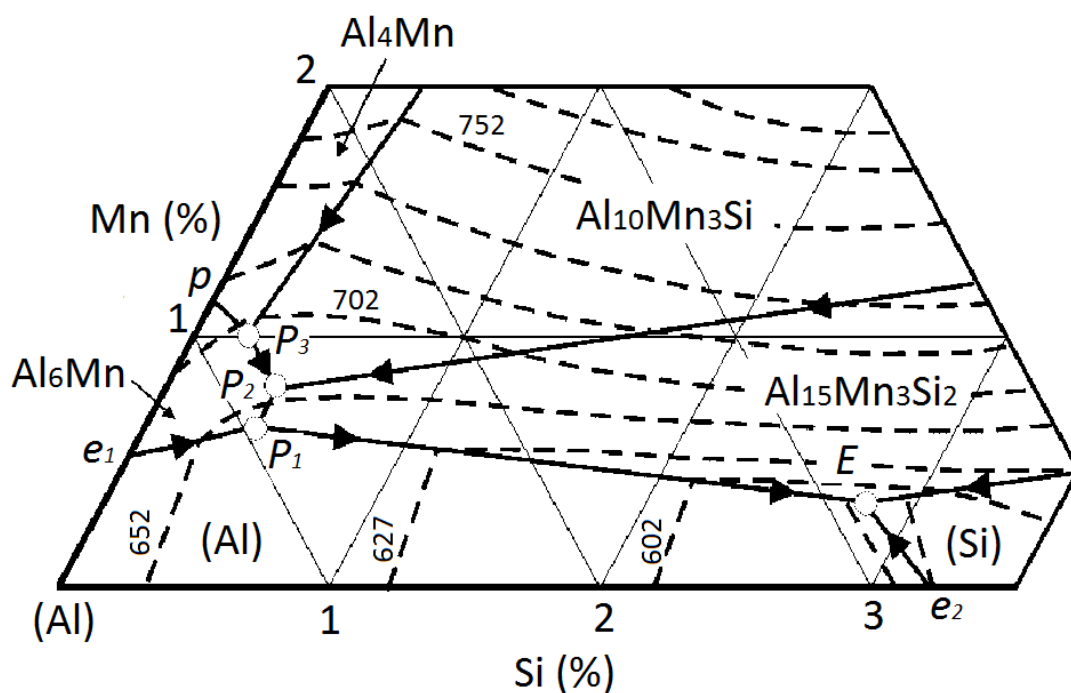
Reakce	Fáze
Před vyloučením dendritů	$\text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}_2$
Po vyloučení dendritů	$\text{Al}_{15}(\text{Fe}, \text{Mn})_3\text{Si}_2$ - Al_5FeSi
Eutektikum	Al_5FeSi - Mg_2Si
Po vyloučení eutektika	$\text{Al}_5\text{Mg}_8\text{Cu}_2\text{Si}_6$ - CuAl_2

Řízení morfologie a charakter intermetalik můžeme ovlivnit dvěma faktory, a to rychlosti odlévání a chemickým složením. Rychlost krystalizace má přímý vliv na kinetiku a množství fází bohatých na železo přítomných v mikrostruktuře. Pomalá rychlost ochlazování podporuje tvorbu β jehlic s dobře definovanými krystalografickými rovinami, zatímco při rychlejším ochlazování přednostně vzniká čínské písmo (α fáze). Experimentálně bylo potvrzeno, že při nižších rychlostech ochlazování probíhá přeměna z β na α v souvislosti s poklesem obsahu železa, to znamená, že transformaci β na α je možné ovlivnit stabilizátorem β fáze (Fe), zatím co Mn a Cr stabilizují α fázi.

Škodlivé účinky intermetalických fází se železem můžeme snížit:

- ❖ zajištěním nízké koncentrace Fe;
- ❖ zvýšením poměru Mn / Fe nad hodnotu 0,5;
- ❖ zvýšením rychlosti tuhnutí a
- ❖ snížením stupně eutektické modifikace

Z výše uvedeného vyplývá, že rozpustnost jednotlivých příměsí v hliníkové slitině Al-Mn, a tedy vznik intermetalických fází již při tuhnutí, závisí na přítomnosti dalších ternárních případně kvaternárních prvků.



Obr. 11. Řez fázovým diagramem Al-Mn-Si s projekcí likvidu [14].

Tab. 3. Invariantní čtyř fázová reakce v Al-Mn-Si systému.

Reakce	T (°C)	Složení likvidu	
		Mn (%)	Si (%)
$L + Al_4Mn = Al_6Mn + Al_{10}Mn_3Si$	690	3,4 – 3,8	0,5 – 0,7
$L + Al_{10}Mn_3Si = Al_6Mn + Al_{15}Mn_3Si_2$	655 – 657	2,7 – 2,8	1,3 – 1,6
$L + Al_6Mn = (Al) + Al_{15}Mn_3Si_2$	648 – 649	2,5 – 2,8	1,5 – 1,7
$L = (Al) + (Si) + Al_{15}Mn_3Si_2$	573 - 574	1,0 – 1,2	= 12

V systému Al-Mn-Si je oblast v okolí čistého hliníku poměrně složitá, jak je vidět v ternárním diagramu na obrázku 11. Hliník může být v rovnováze s Al_6Mn , (Si) a ternární fází $Al_{15}Mn_3Si_2$, avšak při nerovnovážném tuhnutí vznikají Al_4Mn a $Al_{10}Mn_3Si$. Invariantní čtyřfázové reakce v oblasti obohacené hliníkem jsou uvedeny v tabulce 3. Vzájemná rozpustnost manganu a křemíku v hliníku při těchto reakcích je v tabulce 4.

V kvaternárním systému Al-Fe-Mn-Si se mohou tvořit fáze Al_8Fe_2Si a $Al_{15}Mn_3Si_2$, které mají odlišnou krystalografickou mřížku (hexagonální a kubickou). Sloučenina $Al_{15}Mn_3Si_2$ se vyskytuje v kvaternárním diagramu s širokou oblastí homogenity. V této ternární sloučenině je mangan nahrazován železem až do bodu odpovídajícímu složení

31% Fe, 1,5% Mn a 8% Si v kvaternárním diagramu. Tabulka 5 shrnuje invariantní fázové reakce probíhající v systému Al-Fe-Mn-Si pro existující fáze a koncentrace do 12% Si, 1% Fe a 2% Mn.

Tab. 4. Maximální rozpustnost manganu a křemíku v hliníku

T (°C)	(Al) + Al ₆ Mn + Al ₁₅ Mn ₃ Si ₂		(Al) + (Si) + Al ₁₅ Mn ₃ Si ₂	
	Mn (%)	Si (%)	Mn (%)	Si (%)
649	1,3	0,1	-	-
600	0,73	0,09	-	-
573	-	-	0,08	1,66
550	0,44	0,08	0,07	1,36
500	0,25	0,08	0,06	0,85
450	0,15	0,08	0,05	0,45
400	0,06	0,08	0,04	0,25

Tab. 5. Invariantní pěti fázová reakce v Al-Fe-Mn-Si systému

Fáze reakce	Teplota (°C)	Složení likvidu [%]		
		Si	Fe	Mn
$L + Al_3Fe + Al_6(Fe,Mn) = (Al) + Al_{15}(FeMn)_3Si_2$	648	1,75	2,0	0,35
$L + Al_3Fe = (Al) + Al_8Fe_2Si + Al_{15}(FeMn)_3Si_2$	627 – 632	3 – 5	2 – 0,5	< 0,2
$L + Al_8Fe_2Si = (Al) + Al_5FeSi + Al_{15}(FeMn)_3Si_2$	597 – 607	5 – 10	1 – 2	0,1 – 0,5
$L + Al_5FeSi = (Al) + (Si) + Al_{15}(FeMn)_3Si_2$	575	11,7	0,6	0,2

Tab. 6. Chemické složení intermediárních fází v Al-Fe-Mn-Si systému

Fáze	Složení [%]		
	Si (%)	Fe (%)	Mn (%)
Al ₅ FeSi	12,8 – 13,3	25,5 – 26,5	≤ 0,8
Al ₆ FeSi ₂	25,3 – 26,4	25,9 – 27,8	≤ 0,8
Al ₁₅ Mn ₃ Si ₂	10,2 – 10,7	≤ 1,8	27,7 – 29,5
Al ₁₆ (Fe, Mn) ₄ Si ₃	10,4 – 12,0	10,4 – 15,3	14,6 – 19,7

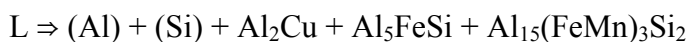
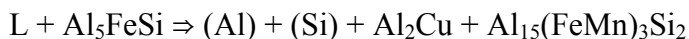
Jaká fáze ve slitině vznikne, závisí na poměru Mn a Fe například při poměru Mn/Fe <1,1 proběhne krystalizace při teplotě 575°C za vzniku (Al), Al₁₆(Fe, Mn)₄Si₃, Al₁₅Mn₃Si₂ a (Si). Pokud je poměr Mn/Fe roven 1,1 pak tuhnutí proběhne při 576°C a ve slitině

krystalizuje tuhý roztok (Al), fáze $\text{Al}_{16}(\text{Fe}, \text{Mn})_4\text{Si}_3$ a (Si). Chemické složení jednotlivých fází v Al-Fe-Mn-Si systému je uvedeno v tabulce 6. V tabulce uvidíme zanedbatelnou rozpustnost Mn v (AlFeSi) fázi a železa v (AlMnSi). Stechiometrické složení některých fází jsou uvedeny v tab. 7.

Tab. 7. Stechiometrické složení některých fází ve slitinách Al-Mn-Fe-Si (v hm.%) [15].

Fáze	Al	Fe	Si	Mn	(Fe+Mn)/Si	Al/(Fe+Mn+Si)	Mn/(Mn+Fe)
Al_6Mn	74,7			25,3		2,9	1,0
Al_7Mn	77,5			22,5		3,4	1,0
Al_{12}Mn	85,5			14,5		5,9	1,0
$\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}$	62,3	32,3	5,4		6,0	1,7	0
$\text{Al}_8\text{Fe}_2\text{Si}$	60,7	31,4	7,9		4,0	1,5	0
$\text{Al}_{12}\text{Fe}_3\text{Si}_2$	59,1	30,6	10,3		3,0	1,4	0
$\text{Al}_{15}\text{Fe}_3\text{Si}_2$	64,4	26,7	8,9		3,0	1,8	0
$\text{Al}_9\text{Fe}_2\text{Si}_2$	59,1	27,2	13,7		2,0	1,4	0
$\text{Al}_6(\text{Fe}_{0,7}\text{Mn}_{0,3})$	74,4	18,0		7,6		2,9	0,3
$\text{Al}_6(\text{Fe}_{0,6}\text{Mn}_{0,4})$	74,5	15,4		10,1		2,9	0,4
$\text{Al}_6(\text{Fe}_{0,5}\text{Mn}_{0,5})$	74,5	12,9		12,6		2,9	0,5
$\text{Al}_{12}(\text{Fe}_{0,5}\text{Mn}_{0,5})_3\text{Si}$	62,5	16,2	5,4	15,9	5,9	1,7	0,5
$\text{Al}_{12}(\text{Fe}_{0,9}\text{Mn}_{0,1})_3\text{Si}$	62,4	29,0	5,4	3,2	6,0	1,7	0,1
$\text{Al}_{15}(\text{Fe}_{0,5}\text{Mn}_{0,5})_3\text{Si}_2$	64,5	13,4	9,0	13,1	3,0	1,8	0,5
$\text{Al}_{15}(\text{Fe}_{0,9}\text{Mn}_{0,1})_3\text{Si}_2$	64,4	24,0	8,9	2,6	3,0	1,8	0,1

Podle kvaternárních fázových diagramů Al-Fe-Mn-Si, Al-Fe-Cu-Si a Al-Cu-Mn-Si, mohou být tuhé roztoky (Al) a (Si) v rovnováze pouze se třemi fázemi: Al_2Cu , Al_5FeSi a $\text{Al}_{15}\text{Mn}_3\text{Si}_2$ souhlase s jednou s následujících invariantních reakcí:



Fáze $\text{Al}_{15}(\text{FeMn})_3\text{Si}_2$ se v kvaternárním diagramu vyskytuje s širokou oblastí homogenity.

2.3.5. Tepelné zpracování slitin AW-3000

Slitiny AW-3003 jsou tvářitelné a tepelně se nevytvrzují, provádí se pouze homogenizační nebo rekrystalizační žíhání. Odlité pásy slitiny AW-3003 se válcují za

studena na kvarto stolicích s postupnými úběry od 8,5 mm po finální tloušťku. Po doválcování je zařazeno vhodné tepelné zpracování dle požadavků zákazníků.

2.4. Vady v odlitcích

Při výrobě kontilitého pásu vznikají různé vady, které omezují kvalitu a produktivitu potřebné pro komerční využití. Tyto vady můžeme rozdělit na povrchové a vnitřní, tyto dále na periodické a nahodilé. Vady obvykle souvisí s intenzitou a rovnoměrností odvodu tepla.

2.4.1. Povrchové vady

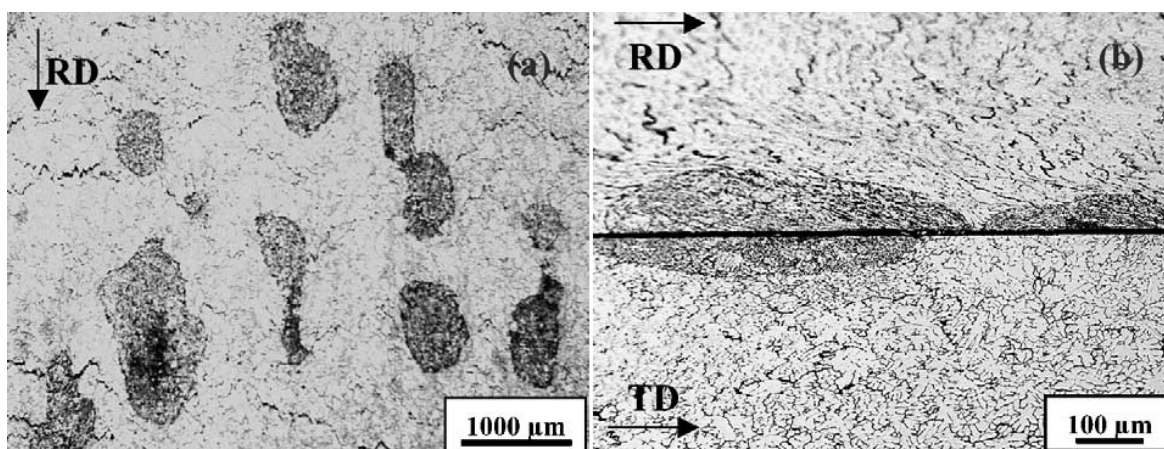
Povrchových vad je nespočet, ale nejdůležitější z nich jsou tzv. výronky (ang. surface bleed). Na povrchu pásu se výronky vyskytují v podobě kapek a v průřezu pásu má tato vada eliptický tvar protáhlý ve směru lití o délce 1 až 2 mm a tloušťce 150 μm obr.12. a) a b).

Výronky jsou kapsy obohaceného tuhého roztoku a obsahují vyšší množství intermetalických částic, z tohoto důvodu jsou tvrdé a těžko se deformují během následného válcování za studena. Výronky vznikají při vysoké teplotě směrem od obohacené mezidendritické taveniny, což vysvětluje, proč tyto vady obsahují malé dendrity primárního tuhého roztoku $\alpha\text{-Al}$ a 0,5 – 5 μm velké částice fází $\text{Al}_6(\text{Fe},\text{Mn})$, kubické $\alpha\text{-Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$ a kubické Mg_2Si .

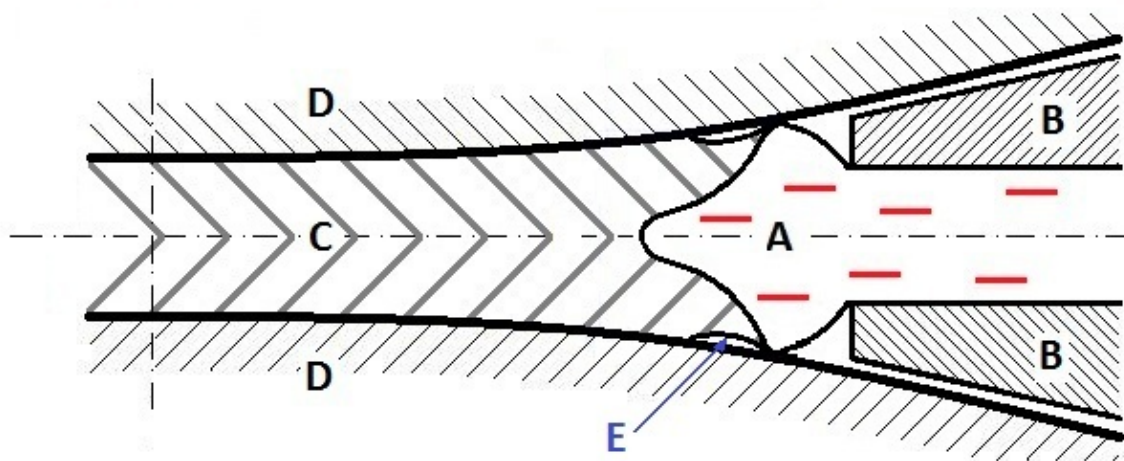
Výronky se vyskytují častěji než jiné vady a jsou závažnější při nízkém specifickém zatížení stolice, zatímco při dostatečně vysokém zatížení jsou mnohem menší a méně časté. Tento typ vad závisí rovněž na typu slitiny, například AW-1100 je k této vadě velmi náchylná, zatímco u slitiny AW-3003 se vada nevyskytuje.

Výronky se tvoří v mezeře mezi válcem a taveninou, kdy dochází k jejímu vyboulení. Vlivem velkého obohacení roztavené slitiny a jejího následného rychlého ochlazení na teplotu nižší než je okolní povrch taveniny jsou výronky v okamžiku, kdy začne krystalizovat zbytek taveniny, tedy v polotuhém stavu (obr. 13 a 14). Takto se budou v pásu vyskytovat rozdílné struktury, a to jak směrem od části utuhlé na styku s válcem, tak v části, která navazuje na tyto výronky již v polotuhém stavu a která je ochlazená později. Kolem výronků se objevují trhliny materiálu, jehož složení se liší od obohacených výronků. Trhliny jsou navíc ovlivněny zatížením pásu a vzniku deformační zóny.

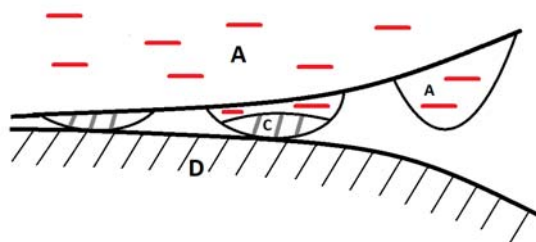
Výsledkem potom je, že vlivem trhliny nedochází k doplňování prázdného prostoru mezi polotuhou vrstvou a válcem.



Obr. 12. Výronky a) na povrchu a b) v řezu pásu [16].



Obr. 13. Schéma krystalizace během tvorby „surface bleed“ (A- tavenina, B- tryska, C- utuhlý pás, D- válce, E- oblast tvorby „surface bleed“), upraveno a převzato z [16].



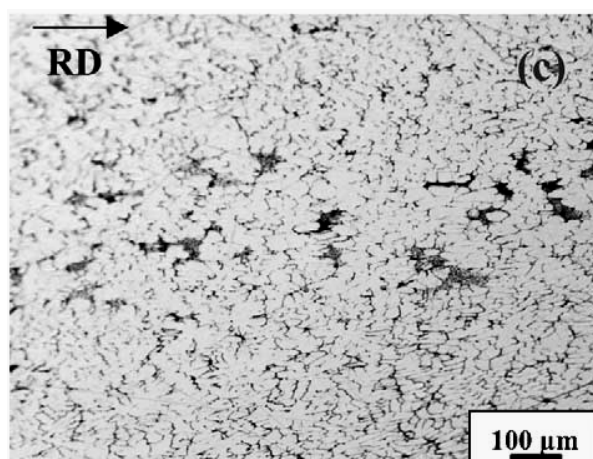
Obr. 14. Zvětšená oblast tvorby „surface bleed“, upraveno a převzato z [16].

Pomocí EPMA analýzy bylo zjištěno, že částice vyskytující se ve výroncích jsou tvořeny intermetalickými fázemi na bázi hořčíku a křemíku. U slitiny AA3xxx byly pozorovány po DC odlití intermetalické fáze Mg_2Si a $Al_6(Fe, Mn)$. Částice bohaté na Fe, typu $AlFeMn$ nebo $AlFeMnSi$, vždy obsahují Mn, protože v intermetalické fázi $Al_xFe_ySi_z$ je železo často nahrazeno Mn. Při velmi nízkém obsahu Si do 0,5 hmot.% se tvoří intermetalická fáze $Al_6(Mn, Fe)$. Nad 0,5 hmot.% Si již krystalizují komplexní fáze, jako například $Al_8(Fe, Mn)_2Si$ a $Al_{15}(Fe, Mn)_3Si_2$. Z hlediska poměru Fe/Mn je obsah Mn vyšší ve fázi $Al_6(Fe, Mn)$ než v případě $Al(Fe, Mn)_xSi_y$. Měď může být rozpuštěna v tuhém roztoku nebo ve fázi Al_2Cu a bylo zjištěno, že její koncentrace je vyšší ve výroncích než bylo v původní předslitině. To znamená, že dochází k lokálnímu obohacení mědi [16].

2.4.2. Vnitřní vady

Druhý typ mikrodefektu běžně pozorovaný u materiálu po kontilitě je centrální (středová) segregace. Středové mikrodefekty se tvoří uprostřed tloušťky pásu a jsou 10x až 20x menší než výronky (obr.15).

Středová segregace je válcová oblast s nízkou teplotou tání, která je orientována ve směru lití. V této vadě se vyskytují rovnoosé oblasti s nízkotavitelnými fázemi vyloučenými ve středovém pásmu [17]. Struktura u povrchu pásu má na rozdíl od středové části velmi odlišnou strukturu zrn a zároveň rozdílné vzdálenosti mezi sekundárními větvemi dendritů. Segregace jsou tedy tvořeny komplexem buněk, malých dendritů a velkého množství různých eutektik s rozdílnými vzdálenostmi mezi částicemi. Jemné lamelární a tyčinkové eutektické struktury (s mezilamelární vzdáleností $\lambda=150-300$ nm) se vyskytují zároveň i s opticky rozlišitelnými eutektickými útvary.



Obr. 15. Segregace ve středové oblasti [16].

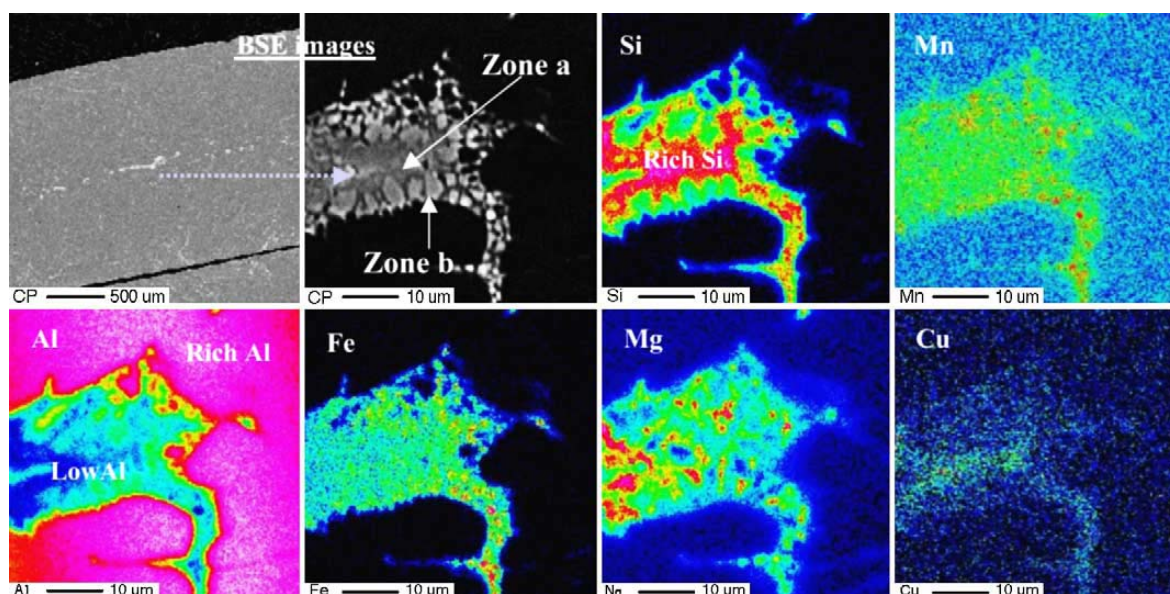
Ke zjemnění struktury dojde náhlou změnou podmínek kontilitů během tuhnutí, kdy u menších dendritů se zmenší sekundární mezidendritická vzdálenost a zjemní eutektické struktury. Všechny tyto různé morfologie jsou důsledkem změn komplexních podmínek tuhnutí při kontilitě.

Tab. 8. Složení v centrální segregaci slitiny AA3105

Prvek	Chemické složení [hm.%]
Si	3,33
Fe	7,28
Al	85,09
Mg	2,16
Cu	0,59
Mn	0,76

Průměrné složení centrální segregace je v tabulce 8, ze které vyplývá, že obsah všech prvků je ve srovnání s výsledky jak pro výronky, tak pro matrici Al, vyšší. Obsah Fe je v tomto případě až cca 7 hmot.%, tj. 4x více než ve výroncích.

Distribuce jednotlivých prvků v těchto vadách je možné dobře rozlišit pomocí EPMA měření a sestavení tzv. EPMA map (obr.16).



Obr. 16. EPMA mapa prvků ve středové segregaci [16].

Jádro segregace (**zóna a**) je obohacené o Si a Cu oproti okrajové oblasti (**zóna b**). V zóně *a* je minimální množství Al. Oblasti obohacené o Mg neodpovídají oblastem, kde se vyskytuje vysoký podíl Si, což potvrzuje, že částice Mg_2Si není jediným typem částice obsahující Mg. Určité množství Mg a Si bylo rovněž zjištěno v některých buňkách zóny. V případě Mn nebo Fe jsou tyto prvky téměř homogenně rozděleny po celé segregaci. Malé body v EPMA mapě pro Mn jsou oblasti bohaté na Fe. Eutektikum v buňce na okrajích (**zóna b**) se skládá hlavně z Al, Mn a Fe, zatímco jádro je obohacené o Si a Cu.

Na základě těchto map je potom možné stanovit následující sled tuhnutí: eutektické buňky s Al, Fe a Mn tuhly jako první, poté následuje vyloučení velmi jemných eutektik v jádře segregace, kde byly detekovány Fe, Mn, Si a Cu. Toto zvláštní rozdělení prvků je důkazem velkého odmíšení ve středu zóny během krystalizačního procesu, vlivem čehož bude vznik vysoce obohacené taveniny.

V další fázi prochází obohacená tavenina rychlým tuhnutím a vznikají složitá eutektika.

Vyšší lící rychlost podporuje vznik mikrodefektů. Ve středu pásu je deformace za tepla faktorem pro aktivaci vzniku segregátu. Vlivem válcovacího tlaku vede ke zvýšené míře k uvolnění tepla, což má za následek jemnější eutektikum. V segregaci nedochází k rychlému ztuhnutí, to způsobuje, že se vyloučí obohacený tuhý roztok. Vlivem tlaku a zvýšeného součinitele prostupu tepla bude obohacený tuhý roztok přinucen k rychlému tuhnutí, pokud oblast rozpuštěné obohacené tekutiny podporuje rovnou sou segregaci v centrální oblasti.

2.4.3. Studené svary

Studené svary mají charakter nespojitostí, resp. přeložení materiálu. Souvisejí s příčnou pruhovitostí pásů. Vznikají na rozhraní pásma směrového růstu a pásma jemnozrnné struktury, vzniklé při dotyku taveniny s válcem. Studený svar vzniká těsně před oblastí jemnozrnné krystalizace. Jsou důsledkem přehrnutí a zamáčknutí nově zakrystalované oblasti při dotyku s válcem do již existujících oblastí směrového růstu. Přehrnutý materiál se již nespojí a vzniká tím studený svar [12].

Nebezpečí vzniku studených svarů vzrůstá s prodlužováním délky periody příčné pruhovitosti a souvisí s posuvem krystalizační fronty do blízkosti lící trysky. **Nízká lící** rychlost a vysoký **metalostatický tlak** vedou ke vzrůstu délky periody a podporují tedy vznik studených svarů. Délka period také silně závisí na povrchovém napětí taveniny, je

mu nepřímo úměrná. Při malém *povrchovém napětí* se zvětší délka periody a bude větší nebezpečí vzniku studených svarů. Slitina AlMg2 má menší povrchové napětí než AlMn nebo Al 99,5 a tudíž je náchylnější na studené svary. Nejdůležitější veličinou pro délku periody a tedy pro vznik studených svarů je vzdálenost *krystalizační fronty* od válců. Roste-li tato vzdálenost, potom prudce vzrůstá perioda příčných pruhů a s ní i nebezpečí studených svarů. Dalším vlivem na studené svary je mazání válců grafitem. Hlavním účelem mazání je zabránit nalepování kovu na válce. Pokud je zvýšená tloušťka vrstvy grafitu, zhorší se přestup tepla do válců a krystalizační fronta se posune směrem k ose válců a může dojít k protečení kovu za válce.

Můžeme říct, že tvorbu studených svarů lze omezit změnami parametrů lití, které současně omezují délku periody příčné pruhovitosti.

3. Experimentální část

Cílem experimentální části bylo přispět k již probíhajícímu řešení „studených svarů“ u slitiny 3003 metalografickými analýzami litých struktur.

3.1. Vstup do problematiky

V polovině roku 2007 nastaly problémy s výskytem vysoké děrovitosti při válcování pásů a fólií. Tyto vady na fóliích (Obr. 17) a finálních výrobcích představovaly velké vnitřní ztráty ve výrobě. Vady typu děr byly analyzovány a byla vyslovena určitá hypotéza, která se dotýká vlastního kontilití. Geometrický charakter vad vedl k rozhodnutí nazvat je „studenými svary“ vzhledem k obdobným přeložkám na spodní lité straně (Obr. 18). Zjistilo se při tom, že litá struktura pásu se výrazně liší od známé vyhovující struktury, u spodního povrchu pásu byly ve směru lití objeveny periodicky se vyskytující oblasti bohaté na intermetalické fáze (Obr. 19).



Obr.17. Fólie se studeným svarem

Byla provedeny technologické analýzy, kde se hodnotil:

- ❖ vliv předslitiny,
- ❖ vliv nastavení trysky a parametrů lití
- ❖ vliv nečistot v tavenině.

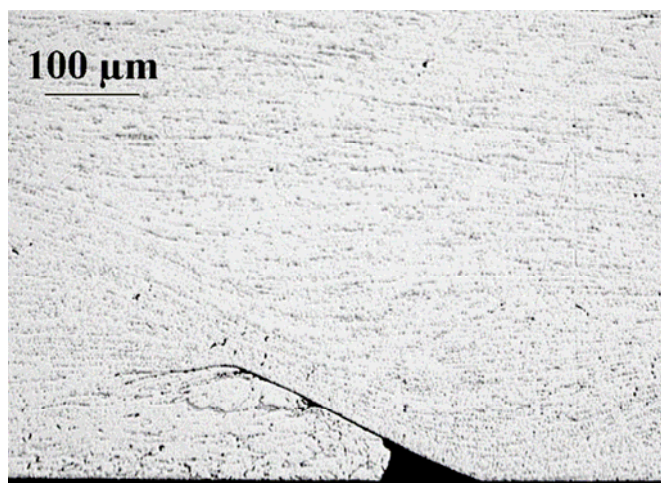
U *předslitiny* Mn, Fe a Si byla provedena analýza pomocí granulometrie a kalorimetrie, ze které bylo zjištěno, že částice legujícího prvku byla 3x větší oproti minulému období. Na základě úvahy o horší rozpustnosti předslitiny a vyšší koncentraci daného prvku u dna pece, byla provedena následná opatření: byla zvýšena teplota pro legování a intenzita míchání a legování předslitinami na bázi soli s obsahem

75% legury bylo postupně nahrazeno legováním houskami na bázi Al s obsahem 20% legury.

Vzhledem k tomu, že po legování se provádí důkladná rafinace, negativní vliv naplynění taveniny a zbytkových solí z předslitin jsme neuvažovali.

Parametry lití. Opatření tykající se přípravy a nastavení licí trysky bylo podobné jako u studených svarů v minulosti, spodní ret trysky byl ztenčen na minimum a licí tryska byla přiklopena přímo na spodní válec. Rychlost lití byla snížena a intenzivnější grafitový postřík povrchu válců měl zajistit lepší kluzné podmínky právě ztuhlého pásu při průchodu válci.

Dalším sledovaným vlivem byly **nečistoty a soli**, které se vyskytují v drátech AlTiB a mohou mít vliv na povrchové napětí blanky (meniskus) při vstupu taveniny z trysky. Dodávané titan borové dráty obsahují mnoho nečistot a oxidů, proto byly pro dodavatele drátu stanovené limitní hranice, které nesměli být překročeny.



Obr. 18. „Studený svar“ – přeložka

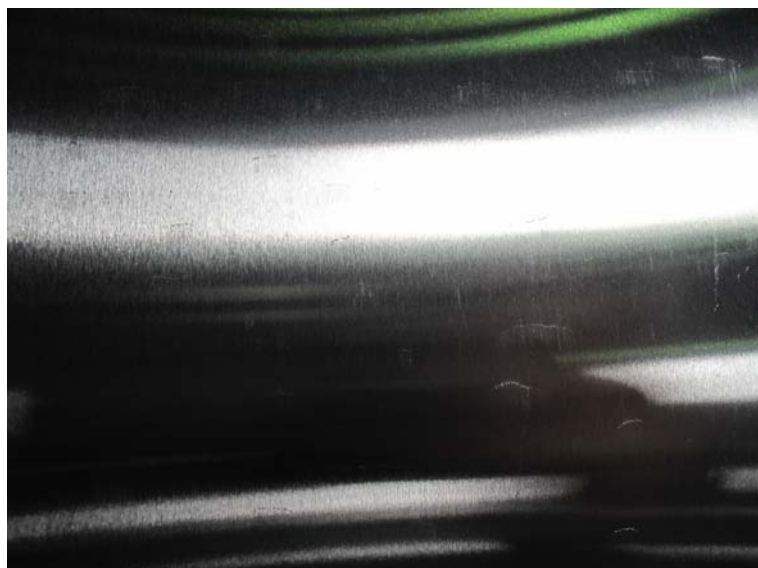


Obr. 19. Příčná pruhovitost struktury se zvýšeným výskytem intermetalických fází

Pro zamezení velkých materiálových ztrát při výrobě tenkých fólií byla zavedena systematická kontrola spodního povrchu při kontinuálně litých pásů, která spočívá vizuálním sledováním pásu na ohybu po zavedení do cívky. Při výskytu „studených svarů“ se na ohybu pásu o 90° (Obr. 20) objeví praskliny (Obr. 21), které mohou být dlouhé až 10 mm. Při tomto zjištění se zastavuje lití, před opětovným spuštěním lití musí být překontrolováno nastavení licí stolice.



Obr. 20. Kontrola spodního povrchu pásu na ohybu.



Obr. 21. Praskliny na ohybu

Tato opatření z části pomohla překlenout problémy s nekvalitní výrobou a byl vytvořen prostor pro hlubší studium příčin vzniku „studených svarů“.

3.2. Metodika experimentálních měření

Pro studium makro a mikrostruktury bylo použito světelného mikroskopu a rastrovacího elektronového mikroskopu. Pro další stanovení vlivu parametru procesu na kontilitu bylo dále použita metodika měření separačních sil.

3.2.1. Světelná mikroskopie

Pozorování mikrostruktury homogení distribuce fází, tvaru a velikosti zrn odebraných vzorků probíhalo na světelném mikroskopu Olympus PME- 3.

Ve světelném poli byla pozorována struktura a jednotlivé fáze vzorku, šikmé plochy na reliéfu povrchu vzorku se jeví jako tmavé, vodorovné plochy jako světlé. Kontrast jednotlivých zrn je možné zvýšit vhodným leptáním a pozorováním v polarizovaném světle. Po naleptání se vytvoří na pozorované ploše vzorku reliéf, vlivem rozdílných orientací krystalických mřížek jednotlivých zrn. Zrna se vlivem jiné intenzity odraženého světla jeví jinak zbarvená.

3.2.2. Rastrovací elektronová mikroskopie

Rastrovací (řádovací) elektronový mikroskop (SEM) se používá pro pozorování neprozařitelných vzorků a dosahujeme jím vysoké rozlišovací schopnosti, velkého zvětšení a velké hloubky ostrosti. Minimální zvětšení bývá přibližně 10x, maximální zvětšení bývá přibližně 100000x. Pozorovaný vzorek musí být vodivý, což hliníková slitina 3003 splňuje. Pomocí SEM vybaveného mikrosondou EDS je možno zjistit chemické složení dané oblasti materiálu.

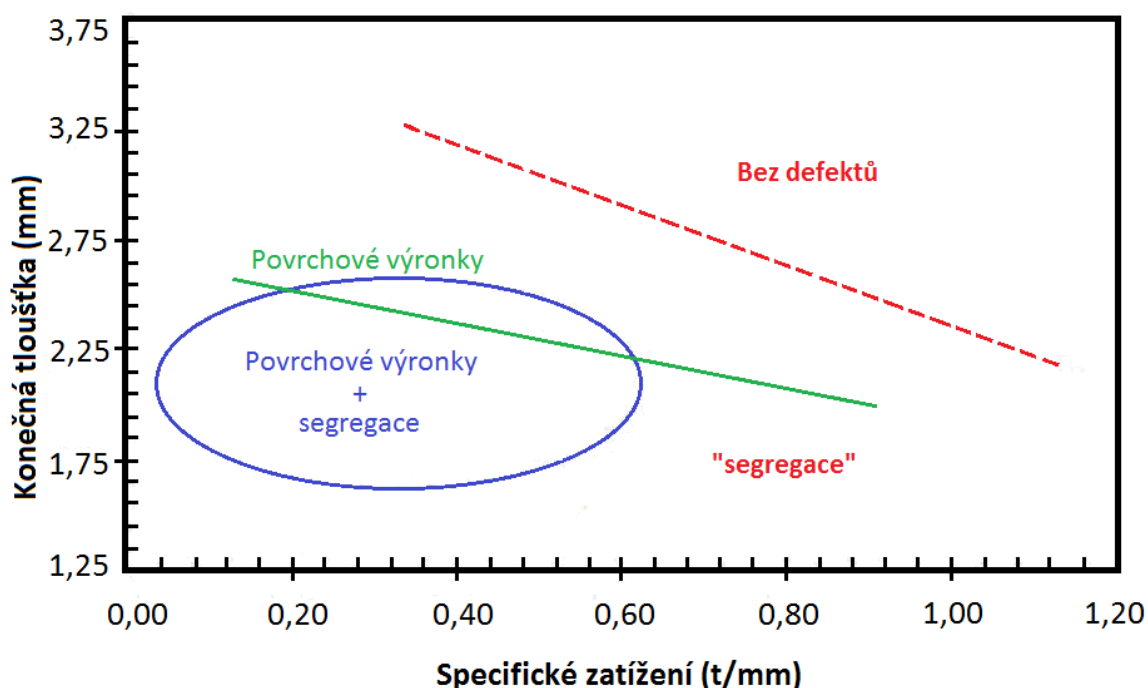
Povrchy vzorků byly pro fázové studium v rastrovacím elektronovém mikroskopu připraveny stejně jako u světelné mikroskopie viz kapitola 3.3. Vzorek byl připevněn na vodivou podložku a dále uzavřen ve vakuu $6 \cdot 10^{-3}$ Pa v mikroskopu JEOL JSM – 6490LV se sondou EDS INCA X – ACT s pracovním napětím 20 kV (VŠB-TUO, FMMI).

3.2.3. Mapa výskytu vad

Studie ukázaly, že vady typu segregace a povrchových výronků (makrosegregace) existují pouze pro konkrétní nastavení licích podmínek na kontilitu. Pokud máme dostatečné množství výsledků, jak změřením licích podmínek, tak studia mikrostruktury, můžeme na jejich základě sestavit grafické znázornění makro a mikrodefektů. Tento graf můžeme nazvat „segregačním limitním diagramem“ (nebo „mapa vad“). Na obrázcích 22 a

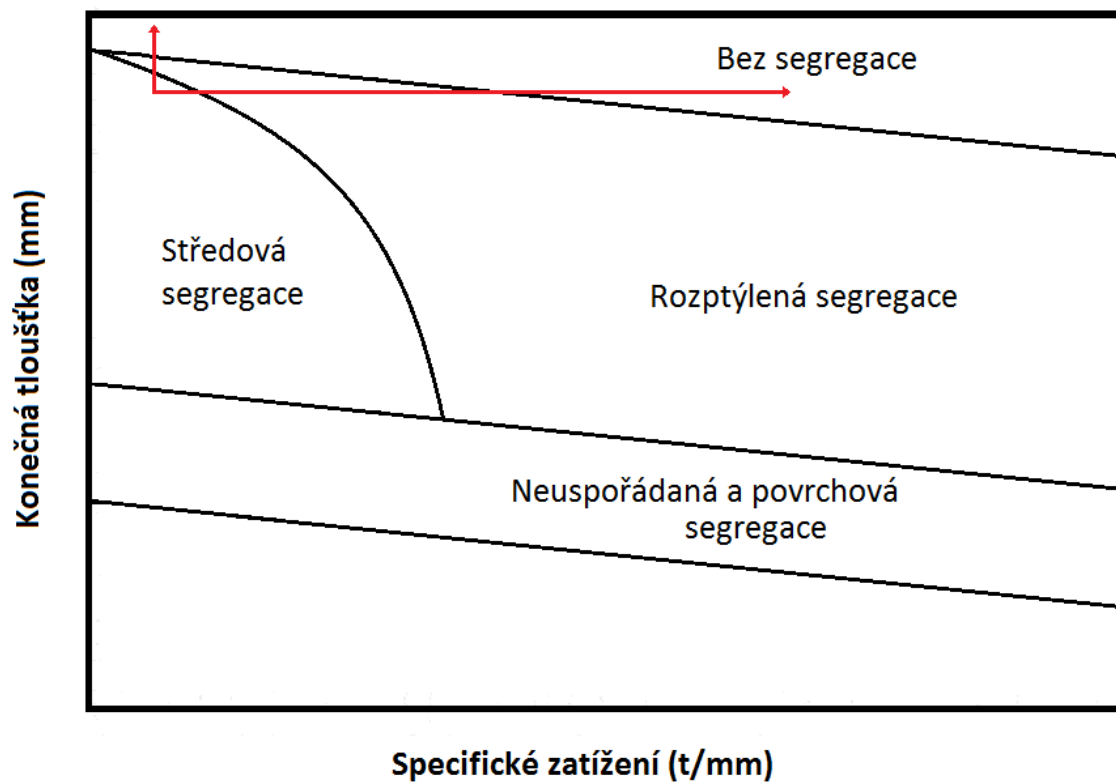
23 jsou uvedeny závislosti licí tloušťky na specifickém zatížení, tj. celková síla (separační síla), která je nutná k překonání odporu ztuhlého materiálu (pásu) mezi válci.

Výskyt vad (mapa vad) ve slitině AW-3015 [16] v závislosti na specifickém zatížení při kontilitě je znázorněn na obrázku 21, z něhož vyplývá, že při tloušťce pásu pod 3 mm se při vyšších specifických zatíženích (nad 0,6 t/mm) se nevyskytují povrchové vady (oblast bez defektů), zatímco pro pásy o tloušťce pod 2 mm se při nízkém specifickém zatížení dostáváme do oblasti segregace. V některých případech se mohou při nižších specifických zatížení vyskytovat v pásech segregace i výronky společně.

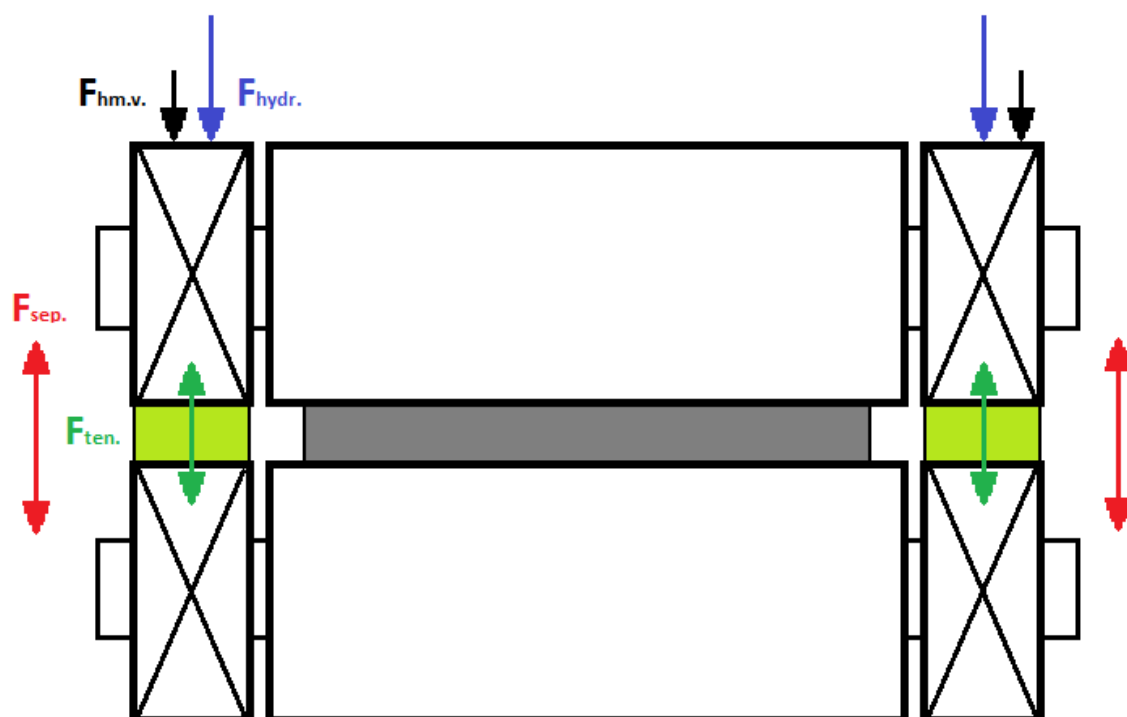


Obr. 22. Závislost konečné tloušťky pásu slitiny AA3015 na specifickém zatížení na kontilitě (převzato a upraveno z [16])

Pro homogenní zjištěné centrální segregace v pásech po kontilitě v Alinvestu je možné konstatovat, že by podle diagramu na obrázku 23 odpovídali nízkému specifickému zatížení válců (oblast v levém horním rohu). Pro získání struktury bez segregace je tedy nutné upravit podmínky lití a separační síly. U kontilitě musí parametry lití splňovat požadavky, jak na výkon lití, tak na optimální licí strukturu. Pro některé aplikace není centrální segregace vážným problémem, ale pro některé polotovary, jakými jsou například fólie, je nutné už na kontilitě dosáhnout licí struktury.



Obr. 23. Závislost konečné tloušťky pasu na specifickém zatížení na kontilitě [19].



Obr. 24. Znázornění válců ze strany litého pasu na kontilitě s tenzometrickými vložkami a jednotlivými působícími silami ($F_{hm.v.}$ - síla hmotnosti válců, $F_{hydr.}$ - síla hydraulická, $F_{sep.}$ - separační síla, $F_{ten.}$ - síla změřena tenzometrickými vložkami).

Měření separačních sil na kontilitě v Alinvestu bylo prováděno pomocí tenzometrických vložek, které byly vloženy mezi ložiskové domečky. Skutečná separační síla byla vypočtena součtem hydraulické síly a hmotnosti horního válce a odečtena od síly změřené tenzometrem. Struktura a tloušťka tuhnutí pásu závisí na odporu proti hydraulické síle a síle, kterou působí válec. Na základě měření těchto sil tenzometrickými vložkami můžeme získat skutečnou separační sílu $F_{sep.}$, jak je znázorněno na obrázku 24.

3.3. Příprava vzorků pro metalografické studium

Odebraný vzorek byl nařezán na Lobotomu od Struerse na rozměry 20 – 30 mm, kde analyzovanou plochou je podélná strana ve směru lití (kratší). Vzorek je dále označen písmenem s třímístným číslem a odmaštěn lihobenzínem a vyčištěn v ultrazvukové čističce.

Vzorky jsou broušené a leštěné na Roto Force- 4 na Struers. **Broušení** probíhalo za mokra s přtlakem 30 N, rychlosti otáčení kotouče 200 ot./min a byly použity brusné papíry o různé velikosti brusného zrna s různou délkou broušení viz tabulka 9.

Tab.9. Časy broušení u jednotlivých brusných papírů

Velikost brusného zrna	Čas broušení
320	4:00 nebo až se vytvoří rovnoběžné stopy
500	3:30
800	3:30
1000	3:30

Tab. 10. Parametry a použité prostředky při leštění.

Krok	Leštící plátina	Čas leštění	Leštící prostředky	Poznámky
1	MD Mol	2:30	Smáčedlo na bázi glycerín, líh Diamantová pasta 3D	
2	MD Nap	2:00	Růžová suspenze RED Diamantová pasta 0,7D	
3	MD Chem	1:00 4:00 proplach vodou	Oxidický roztok OP-S	Chemické doleštění.

Odstranění rýh po posledním broušení a získání kvalitního rovinného zrcadlového povrchu se provádělo *leštěním* s kombinací mechanických a chemických metod, jak je uvedeno v tabulce 10, s přtlakem 30 N a rychlosti otáčení kotouče 150 ot./min.

Mezi jednotlivými kroky vzorky proplachujeme pod tekoucí vodou, destilovanou vodou a lihobenzínem. Po posledním kroku opět vzorky očistíme destilovanou vodou a lihem, a necháme vysušit pod fěnem.

Před leptáním zkontrolujeme kvalitu výbrusu pro možnou opravu vzorku.

Zvýraznění fází se provádí chemickým leptáním v roztoku 1% HF. Vzorky jsou tak připraveny pro pozorování ve světelném poli, kde pozorujeme morfologii fází v hliníkové matici, segregáčnící kanál, precipitáty a jiné odchylky v lici struktury.

Hranice zrn byly zvýrazněny elektrolytickým leptáním pod napětím 15V v leptadle Barker (400 ml vody a 9 ml HBF_4) po dobu 120 až 125 sekund pomocí systému Lectropol-5. Tato příprava umožňuje v polarizovaném světle stanovit velikost zrna a určit stupeň rekrystalizace, atd.

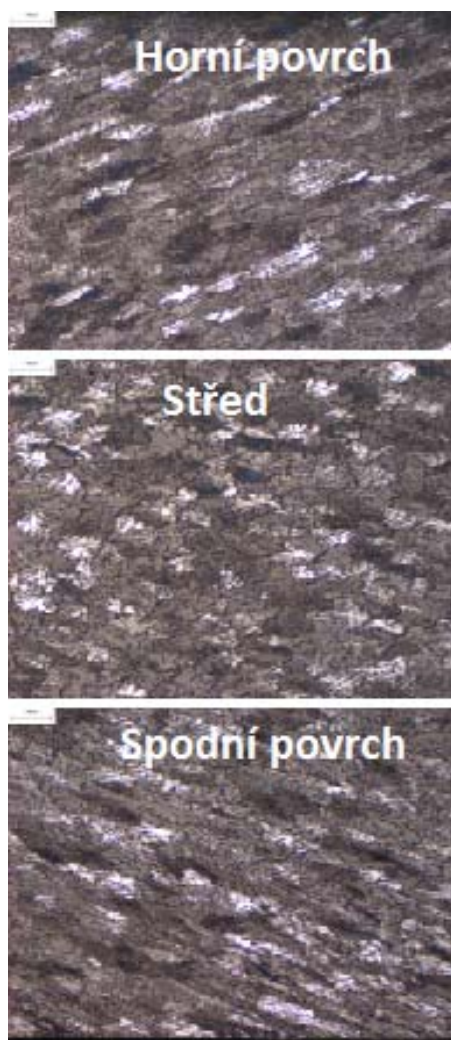
Snímky mikrostruktur byly provedeny v programu Cell^A a upraveny v Image-ProPlus.

4. Výsledky a diskuse

4.1. Výskyt vad ve slitině AW-3003

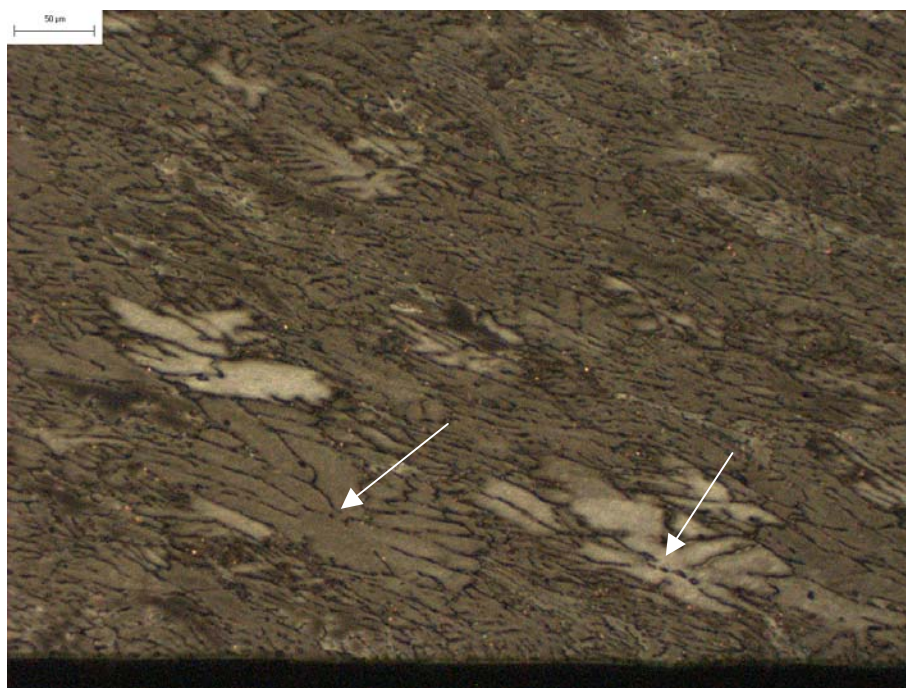
Mikrostruktura slitiny AW-3003 byla sledována na vzorcích odebraných v průběhu roku 2009 až do dubna roku 2010. Vzorky slitiny, jejichž složení je uvedeno v tabulce 1 a která je očkovaná titan borovým drátem pro zjemnění zrna, byly metalograficky zpracovány a strukturně analyzovány.

Struktura kontinuálně litých pásů je šípovitá, to je dáno směrovým odvodem tepla kolmým od krystalizační fronty (Obr. 5). Morfologie zrn šípovité struktury je vidět na obrázku 25, kde ve středu pásu jsou zrna rovnoosá a po obou krajích protažená ve směru růstu.



Obr. 25. Řez strukturou ve směru lití znázorňující šípovitou strukturu.

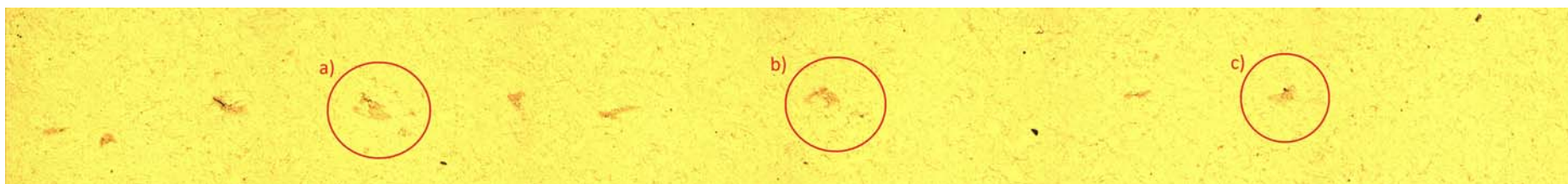
Jednou z vad které byly ve struktuře po kontilitě pozorovány, bylo takzvané plovoucí zrno (Obr. 26), které představuje hliníkovou matici (tuhý roztok) a jejímž nukleačním centrem je TiB_2 . Malé černé útvary označené v obrázku 26 bílou šipkou představují částice TiB_2 , jejichž rozměry byly popsány v kapitole 2.2.2., detail je na snímcích SEM (Obr. 38).



Obr. 26. Plovoucí zrno u spodního povrchu pásu

Ve středu pásu, kde tavenina tuhne jako poslední, dochází rovněž k odměšování prvků. Při velmi špatných podmínkách odvodu tepla zde může docházet k výrazným segregacím, jak si můžeme všimnout na obrázcích 27 a 28. Detaily středové segregace jsou na obrázku 29.

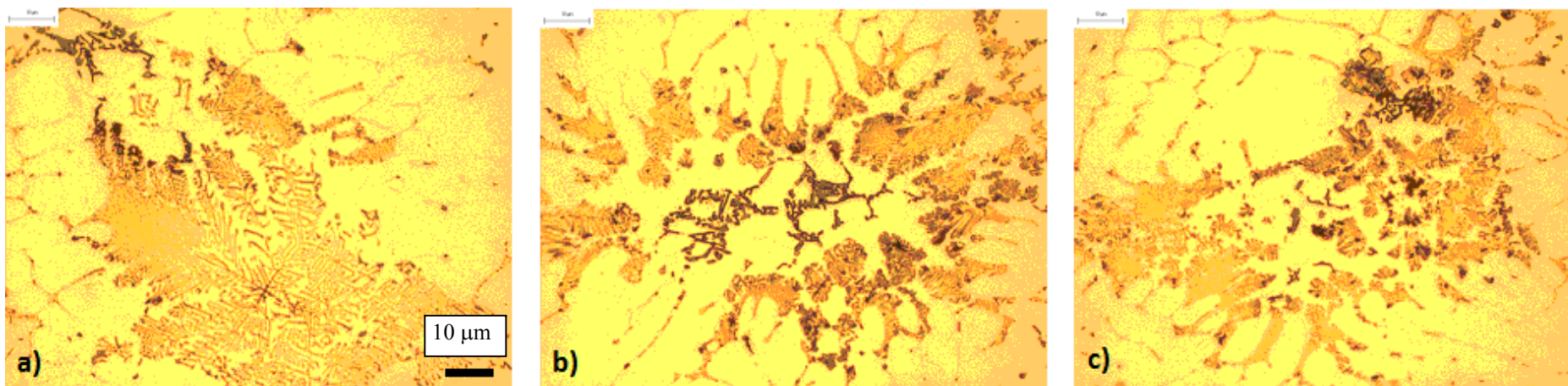
Tato vada se v průběhu roku 2009 se vyskytla pouze jednou. Z programu Sybas byly zpětně získány hodnoty licích podmínek, z kterých vyplynulo, že bylo nízké zatížení stolice. Tento poznatek, který potvrdil teorii, že při nízkém zatížení mohou vznikat centrální segregace, je v současnosti brán v úvahu i při modifikacích technologických podmínek kontilit v AIB.



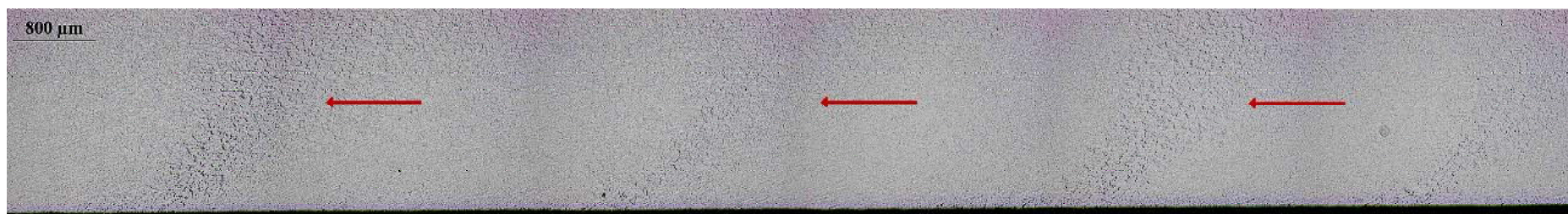
Obr. 27. Středová segregace u slitiny AW-3003



Obr. 28. Středová segregace u slitiny AW-3003- v pravém horním



Obr. 29. Detail středové segregace na obrázku 27.



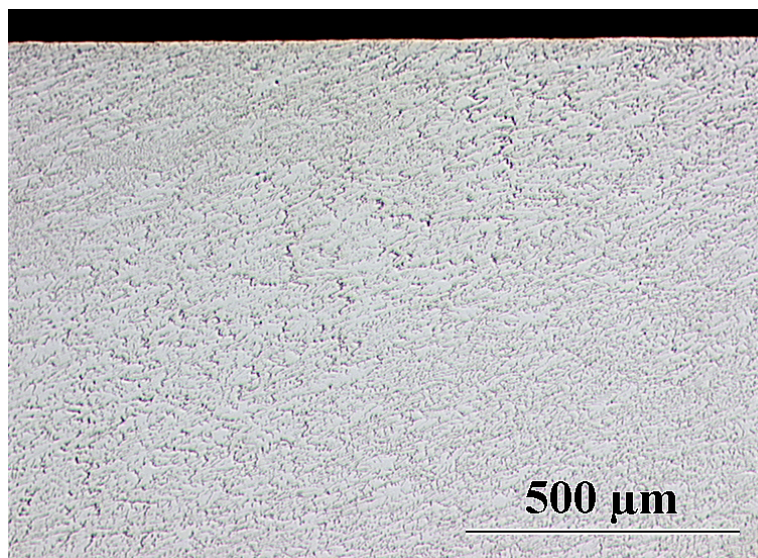
Obr. 30. Příčná pruhovitost



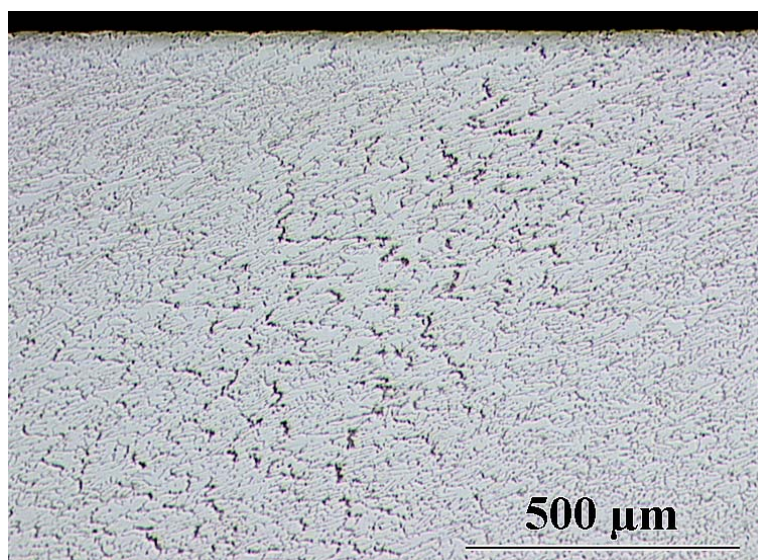
Obr. 31. Detail Příčné pruhovitosti

Ve struktuře dále byla zpozorována příčně pruhovitá struktura viz kapitola 2.2.3. (Obr. 30 a 31), která je tvořena eutektikem a intermetalickými fázemi. Protože se tato vada ve struktuře pravidelně opakuje, byly jednotlivé pruhy vyloučených eutektik a fází nazvány periodami. Tyto periody byly při rozdílných licích podmínkách jednou úzké a nevýrazné (Obr. 32), jindy velmi výrazné (Obr. 33).

Jednotlivé periody jsou od sebe vzdáleny 1 mm až 3 mm, to poukazuje na to, že cyklování blanky (menisku) se mění v závislosti na výšce hladiny v lici krabici.

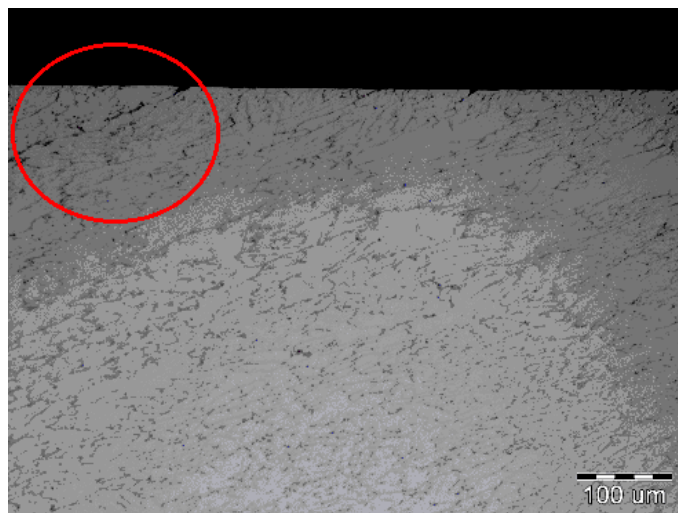


Obr. 32. Úzké a nevýrazné periody

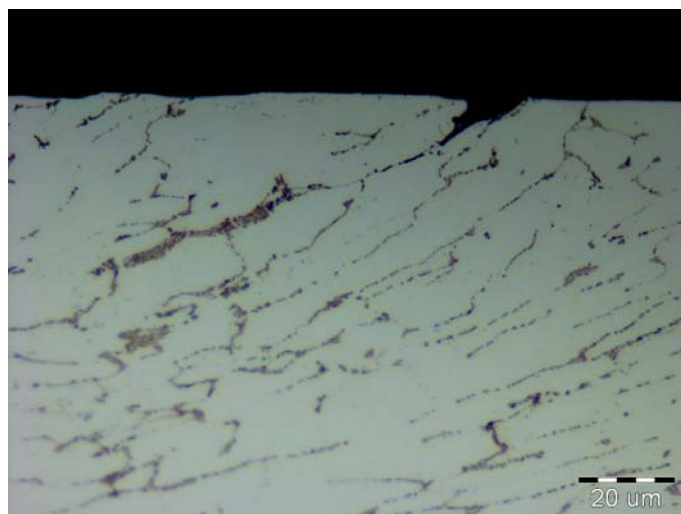


Obr. 33. Velmi výrazné periody

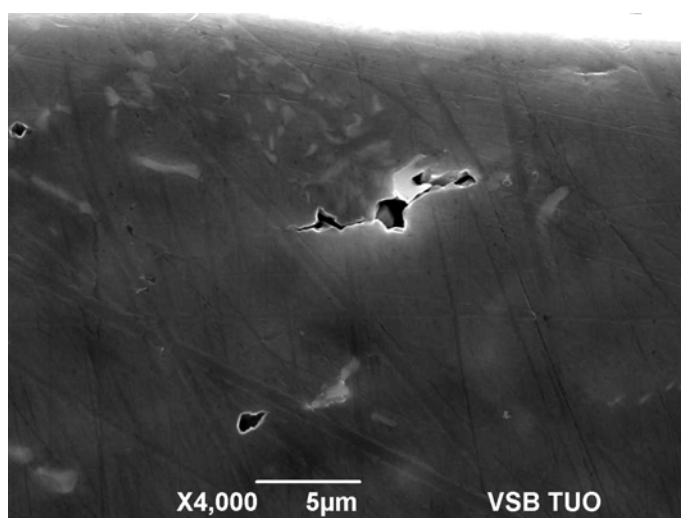
Shlukováním částic v blízkosti periody je při následném válcování příčinou praskání materiálu (Obr. 34). U trhliny se často nachází výrazná segregace legujících prvků v podobě hrubých shluků intermetalických fází (Obr. 35). Detail trhliny je na obrázku 35. Na obrázku 36 je detail praskliny s vypadlými částicemi.



Obr. 34. Šířící se trhlina na spodním povrchu

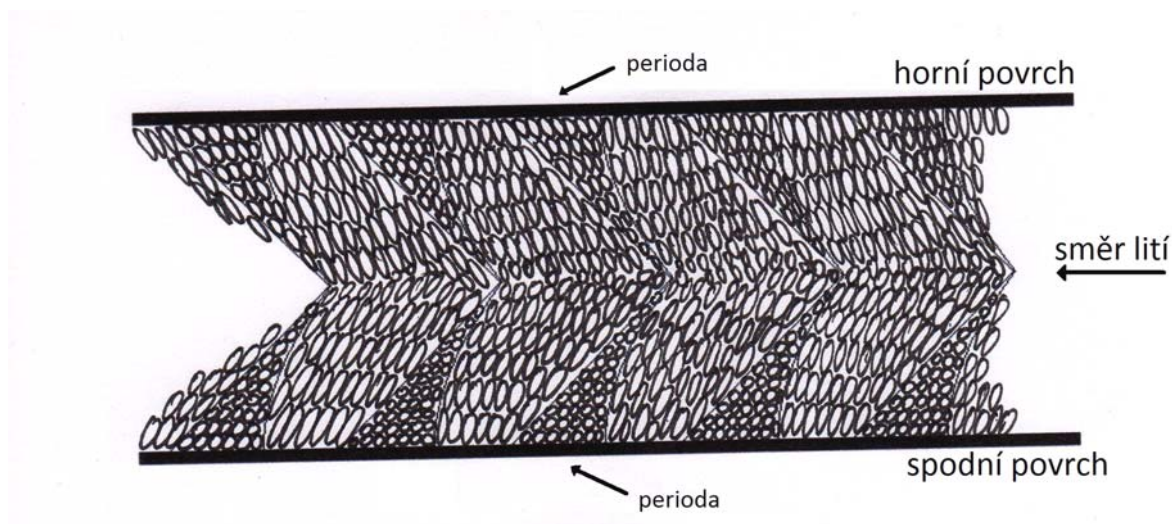


Obr. 35. Detail trhliny z obrázku 33. spodní povrch



Obr. 36. SEM snímek vzorku A505-1, praskliny podél vyloučených intermetalických částic

Bylo provedeno měření velikosti zrna v periodách, z něhož bylo zjištěno, že v periodě u horního povrchu je zrno protáhlejší než v periodě u spodního povrchu. Měřením velikosti zrna v a mimo periodu se potvrdila teorie, že v periodě tuhne kov jako poslední, protože mimo ni je zrno protáhlejší než uvnitř periody, jak je uvedeno schématicky na obrázku 37. Vznik protáhlejších zrn je důsledkem rychlého odvodu tepla do válců (kapitola 2.2.3.), jejich morfologie je však ovlivněna deformací při průchodu mezi těmito válci a měření může být tedy zatížené chybou.



Obr. 37. Schématické znázornění morfologie utuhnutých zrn v pásu s příčnou pruhovitostí po kontilitě

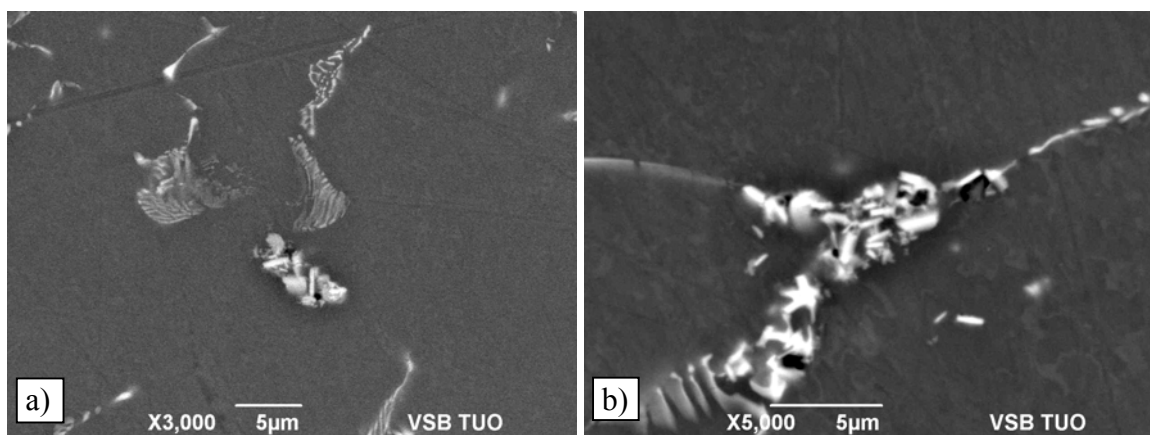
Pro zjištění podmínek zamezení vzniku příčné pruhovitosti na kontilitě je vhodná, již výše uvedena metoda měření separačních sil. Při tomto typu měření je možné sledovat vzájemný vliv dvou parametrů kontilit, a to zatížení stolice a rychlost lití. Dosud shromážděné výsledky měření jsou uvedeny dále v kapitole 3.6., avšak experimentální měření nejsou v současnosti ukončena. V budoucnu by měl být na základě shromážděných údajů sestaven limitní diagram vad, který by popisoval mezní hodnoty aplikovaných parametrů procesu.

4.2. Fázová analýza

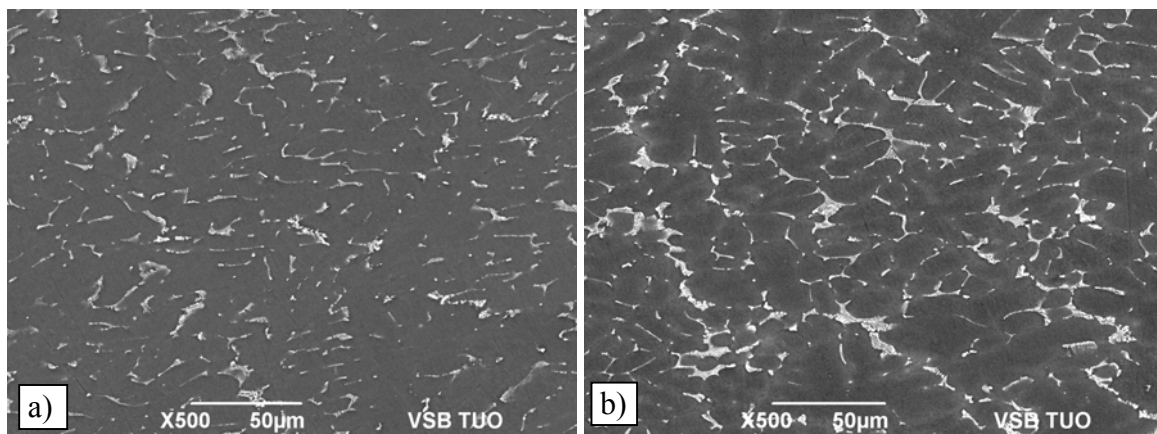
Fázové složení mikrostruktury bylo provedeno na vzorcích odebraných ze tří různých odlitků A415, A505-1 a C391. Výsledky chemického složení slitiny, obsahy prvků v matici, intermetalických fázích a eutektikách jsou uvedeny v tabulkách 12, 14 a 16. U kontinuálně litých pasů je rozlišení částic intermetalických fází v eutektiku velmi obtížné, neboť jejich velikost se pohybuje řádově v μm a jsou pro mikroanalýzu pomocí

EDS sondy příliš malé. Z důvodu jejich malých rozměrů je rovněž obtížné pozorovat jejich morfologii i barevné rozlišení (na základě chemického leptání). Tak malé struktury je možné dobře pozorovat pomocí SEM nebo TEM, což v průmyslovém měřítku není dost dobře možné. Proto je také nesnadné stanovit souvislosti změn v parametrech kontilitů a změn charakteru eutektik bez spolupráce s dobře vybaveným výzkumným pracovištěm. Z výše uvedeného vyplývá, že složení fází v eutektikách je často víceméně orientační, protože po kontilitů se jejich velikosti pohybují pod 1 μm .

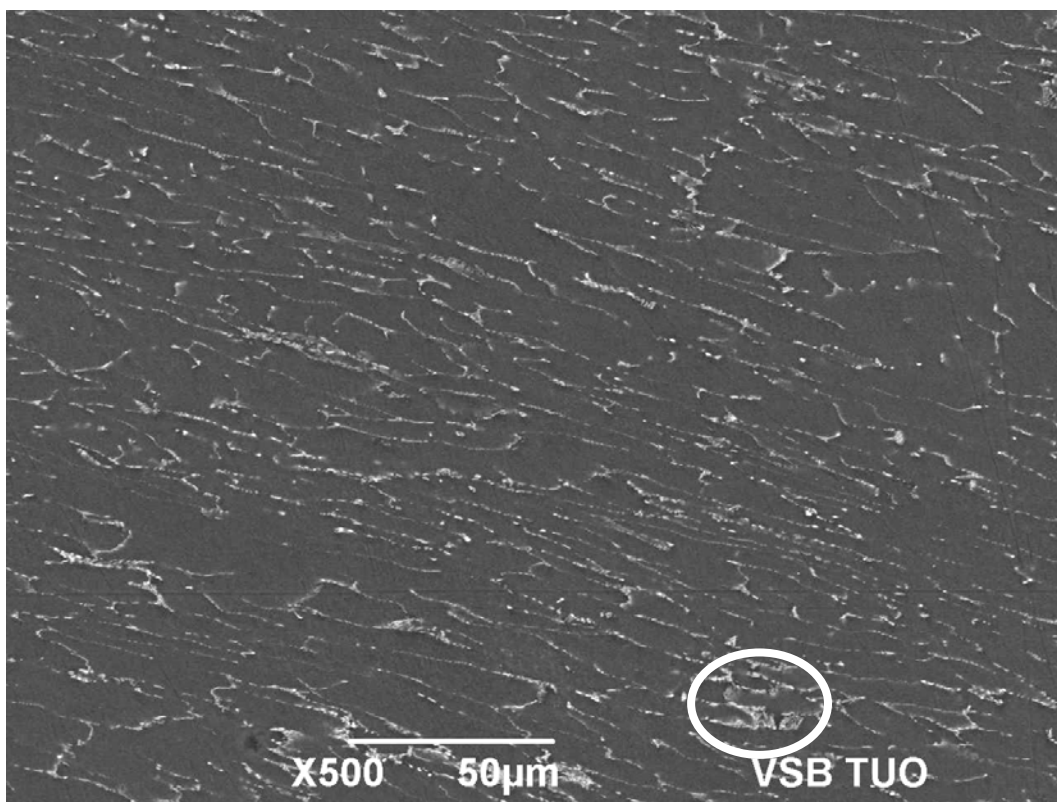
Plošná analýza byla provedena na příčných řezech o šířce 20 mm a tloušťce 8,5 mm. Tabulky 11, 13 a 15 shrnují výsledky měření rozložení příměsí ve směru podélném (centrální část vzorků) a příčném (je od horního povrchu k spodnímu). Z těchto výsledků nebylo možno stanovit výraznější segregaci prvků vzhledem k okrajovým částem odlitků. Z bodové analýzy bylo naopak zjištěno (tab. 12, 14 a 16), že měď a železo se vylučují pouze v eutektikách, mangan, zinek a křemík se převážně vydělují do eutektik, menší část je rozpuštěná v tuhém roztoku. V mikrostruktuře byly rovněž nalezeny shluky částic očkovačů (Obr. 38), jejichž analýza je uvedena v tabulce 12.



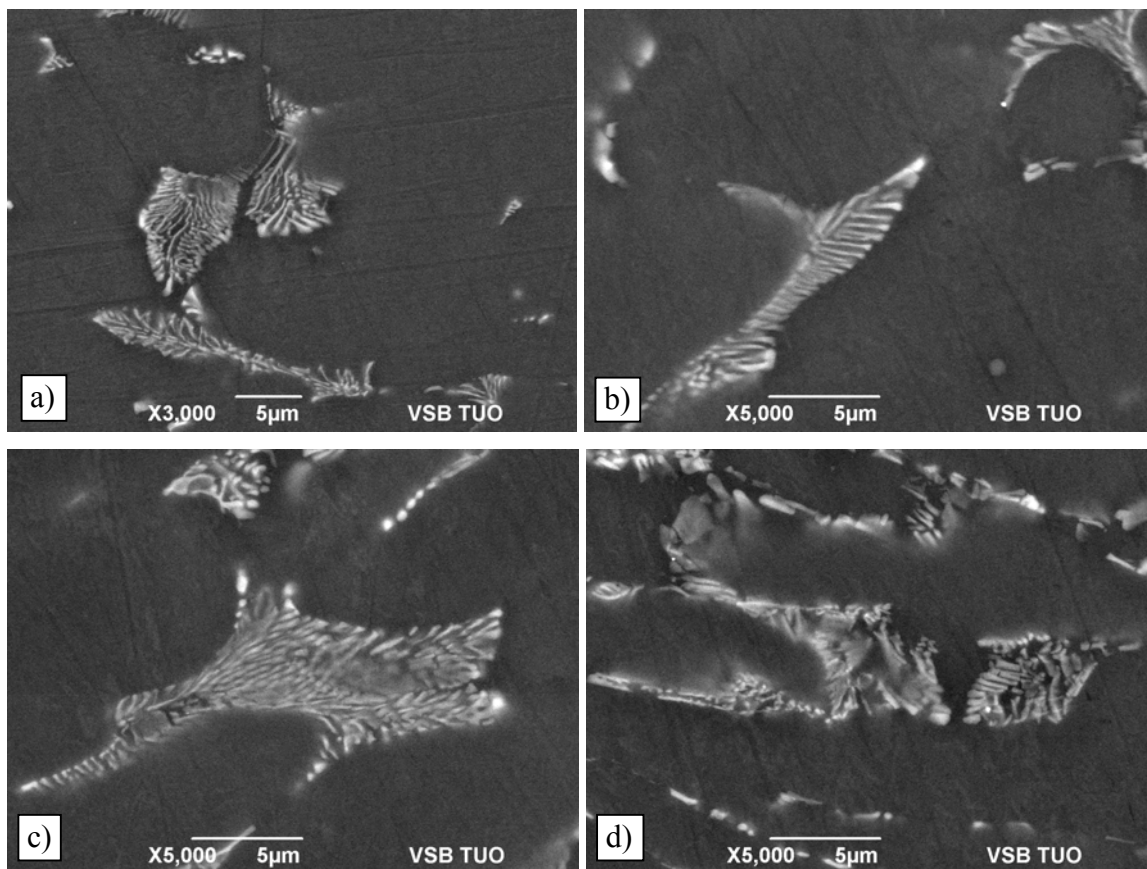
Obr. 38. SEM snímek očkovačů v plovoucím zrně a) vzorek A505-1, b) vzorek A415



Obr. 39. SEM snímek matrice ve středu vzorku a) C391 b) A505-1



Obr. 40. SEM snímek matrice a vyloučených eutektik u spodního povrchu vzorku C391, viz detail Obr. 41d)



Obr. 41. SEM snímky různých typů eutektik vzorků: a) A415, b) A415, c) A415, d) C391

Tab.11. Výsledky plošné mikroanalýzy vzorku A415 s chemickým složením v hmot.% Mn 1%, Fe 0,5%, Si 0,5%, Cu 0,15%

Bod	Al		Mn		Fe		Si		Cu	
	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%
Podélný směr 1	97,70	98,54	0,93	0,46	0,51	0,25	0,71	0,69	0,15	0,07
Podélný směr 2	97,63	98,55	0,94	0,47	0,59	0,29	0,63	0,61	0,21	0,09
Podélný směr 3	97,82	98,66	0,92	0,46	0,42	0,21	0,60	0,58	0,24	0,10
Podélný směr 4	97,78	98,62	1,03	0,51	0,44	0,22	0,61	0,59	0,14	0,06
Podélný směr 5	97,94	98,73	0,90	0,45	0,44	0,22	0,57	0,55	0,15	0,07
Podélný směr 6	97,87	98,67	0,93	0,46	0,50	0,24	0,61	0,59	0,09	0,04
Podélný směr 7	97,82	98,67	1,03	0,51	0,51	0,25	0,55	0,53	0,10	0,04
Podélný směr 8	97,83	98,63	1,02	0,50	0,49	0,24	0,64	0,62	0,03	0,01
Příčný směr 1	97,69	98,55	0,93	0,46	0,55	0,27	0,69	0,67	0,15	0,06
Příčný směr 2	97,66	98,55	0,95	0,47	0,61	0,30	0,65	0,63	0,14	0,06
Příčný směr 3	97,93	98,73	1,06	0,53	0,42	0,21	0,53	0,51	0,05	0,02
Příčný směr 4	97,81	98,64	1,05	0,52	0,48	0,23	0,60	0,58	0,07	0,03
Příčný směr 5	97,63	98,52	1,02	0,51	0,52	0,25	0,67	0,65	0,16	0,07
Příčný směr 6	97,92	98,68	0,90	0,44	0,49	0,24	0,64	0,62	0,06	0,03

Tab.12. Výsledky bodové mikroanalýzy vzorku A415 s chemickým složením v hmot.% Mn 1%, Fe 0,5%, Si 0,5%, Cu 0,15%

Bod	Al		Mn		Fe		Si		Cu		Ti		B		V	
	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%
Eutektikum	90,39	93,51	2,11	1,07	3,47	1,74	3,46	3,44	0,56	0,25						
Matrice 1	99,01	99,44	0,84	0,41			0,16	0,15								
Matrice 2	99,15	99,58	0,85	0,42												
Matrice 3	98,99	99,43	0,85	0,42			0,16	0,16								
Očkovadlo	41,86	29,09	0,49	0,17	0,82	0,28	0,34	0,23			20,21	7,91	35,83	62,16	0,46	0,17

Tab. 13. Výsledky plošné mikroanalýzy vzorku A505-1 s chemickým složením v hmot.% Mn 1%, Fe 0,5%, Si 0,5%, Cu 0,15%, Zn 1,5%

Bod	Al		Mn		Fe		Si		Cu		Zn	
	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%
Podélný směr 1	96,43	98,06	1,02	0,51	0,45	0,22	0,59	0,58			1,50	0,63
Podélný směr 2	96,43	98,10	0,96	0,48	0,49	0,24	0,51	0,50	0,12	0,05	1,49	0,63
Podélný směr 3	96,51	98,13	1,08	0,54	0,45	0,22	0,51	0,49			1,47	0,62
Podélný směr 4	96,36	97,96	1,03	0,51	0,47	0,23	0,72	0,70			1,42	0,60
Podélný směr 5	96,19	97,94	1,05	0,53	0,55	0,27	0,60	0,59	0,20	0,08	1,42	0,60
Podélný směr 6	96,43	98,09	1,07	0,53	0,52	0,25	0,53	0,51			1,46	0,62
Podélný směr 7	96,55	98,08	0,99	0,49	0,43	0,21	0,65	0,63			1,38	0,58
Příčný směr 1	96,24	97,97	1,10	0,55	0,48	0,24	0,58	0,57	0,16	0,07	1,43	0,60
Příčný směr 2	96,54	98,12	0,99	0,50	0,47	0,23	0,56	0,55	0,11	0,05	1,32	0,55
Příčný směr 3	96,55	98,11	1,09	0,54	0,40	0,20	0,59	0,57	0,11	0,05	1,27	0,53
Příčný směr 4	96,21	97,99	1,11	0,56	0,59	0,29	0,52	0,51	0,16	0,07	1,41	0,59
Příčný směr 5	96,45	98,10	1,04	0,52	0,39	0,19	0,54	0,53	0,20	0,09	1,38	0,58

Tab. 14. Výsledky bodové mikroanalýzy vzorku A505-1 s chemickým složením v hmot.% Mn 1%, Fe 0,5%, Si 0,5%, Cu 0,15%, Zn 1,5%

Bod	Al		Mn		Fe		Si		Cu		Zn		Ti		B		K	
	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%
Eutektikum	79,39	85,91	4,03	2,14	6,89	3,60	6,75	7,02	1,03	0,47	1,91	0,85						
Eutektikum	87,18	92,02	3,22	1,67	4,83	2,46	3,04	3,08	0,47	0,21	1,27	0,55						
Matrice	97,99	99,02	0,90	0,45			0,13	0,13			0,98	0,41						
Očkovadlo	46,05	33,23	1,13	0,40	1,50	0,52	0,62	0,43			0,64	0,19	17,34	7,05	32,14	57,89	0,58	0,29

Tab. 15. Výsledky plošné mikroanalýzy vzorku C391 s chemickým složením v hmot.% Mn 1%, Fe 0,5%, Si 0,5%, Cu 0,15%

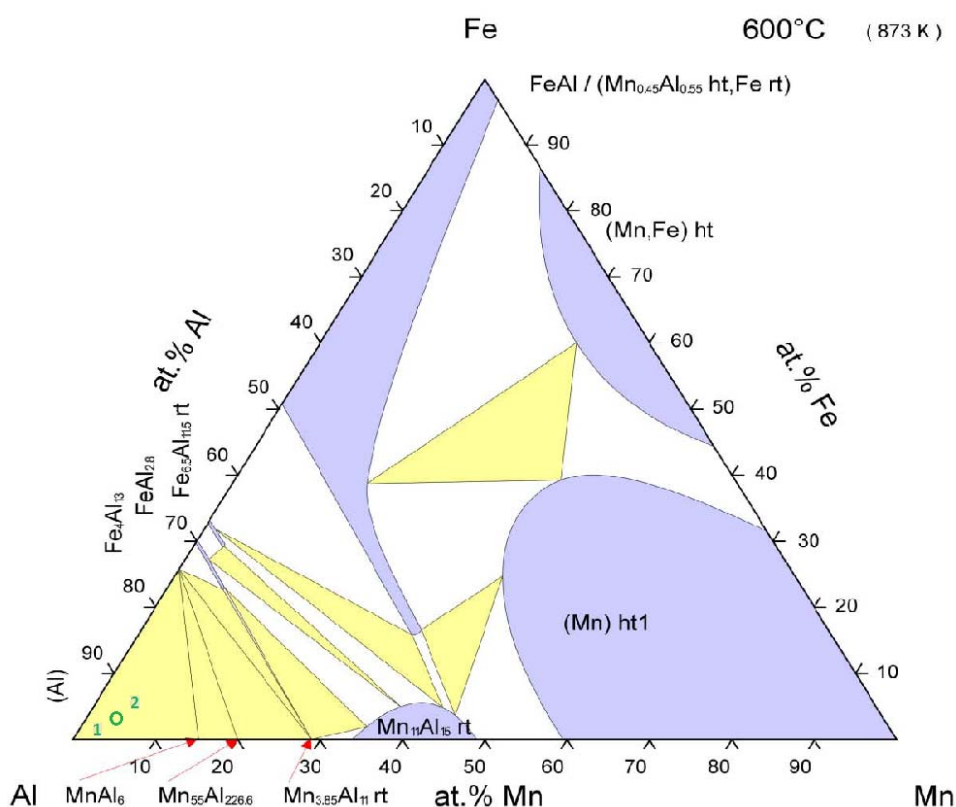
Bod	Al		Mn		Fe		Si		Cu	
	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%
Podélný směr 1	97,85	98,68	1,01	0,50	0,38	0,18	0,56	0,55	0,21	0,09
Podélný směr 2	97,87	98,72	0,99	0,49	0,52	0,26	0,50	0,48	0,12	0,05
Podélný směr 3	97,89	98,76	1,04	0,52	0,47	0,23	0,44	0,43	0,16	0,07
Podélný směr 4	97,93	98,74	1,04	0,51	0,42	0,20	0,52	0,51	0,09	0,04
Podélný směr 5	97,89	98,71	1,05	0,52	0,42	0,20	0,55	0,53	0,10	0,04
Podélný směr 6	97,77	98,67	1,12	0,55	0,48	0,24	0,50	0,49	0,13	0,06
Podélný směr 7	97,95	98,74	1,06	0,52	0,32	0,16	0,55	0,53	0,13	0,06
Podélný směr 8	97,70	98,66	1,11	0,55	0,43	0,21	0,47	0,46	0,29	0,12
Příčný směr 1	97,90	98,69	1,02	0,51	0,36	0,18	0,59	0,57	0,13	0,06
Příčný směr 2	98,12	98,84	0,96	0,47	0,35	0,17	0,51	0,49	0,07	0,03
Příčný směr 3	98,02	98,82	1,01	0,50	0,35	0,17	0,46	0,44	0,17	0,07
Příčný směr 4	98,05	98,81	0,97	0,48	0,37	0,18	0,50	0,49	0,11	0,05
Příčný směr 5	97,75	98,66	0,97	0,48	0,49	0,24	0,52	0,50	0,28	0,12

Tab. 16. Výsledky bodové mikroanalýzy vzorku A505-1 s chemickým složením v hmot.% Mn 1%, Fe 0,5%, Si 0,5%, Cu 0,15% (střed vzorku)

Bod	Al		Mn		Fe		Si		Cu	
	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%	hm.%	at.%
Eutektikum	85,81	90,85	3,49	1,82	6,02	3,08	3,80	3,86	0,88	0,40
Matrice	98,78	99,25	0,90	0,44			0,32	0,31		

Výsledky našich měření byly srovnány s výsledky uvedenými ve výzkumné zprávě [15], což umožnilo provést následující fázový rozbor.

Při kontilitě dochází ke krystalizaci za nerovnovážných podmínek. Proto musíme brát v úvahu rozdíl mezi strukturou vzniklou na kontilitě a strukturou odpovídající rovnovážným binárním nebo ternárním diagramům. Pokud by tedy rovnovážné tuhnutí nebylo ovlivněno vzájemnou rozpustností jednotlivých prvků v matici, pak by jako první tuhla matrice (tuhý roztok α) (Obr. 40) a koncentrace taveniny by se měnila podle likvidu až do eutektického bodu. Z hlediska mikrostruktury by to znamenalo, že dochází k odmíšení binárních, ternárních a dalších prvků do taveniny, čímž tedy při poklesu pod eutektickou teplotu se vyloučí eutektikum (případně různá eutektika Obr. 41) v mezidendritickém prostoru. Na základě studia binárních diagramů můžeme konstatovat, že všechny legující prvky v naší slitině tvoří s hliníkem eutektické systémy.



Obr. 42. Ternární diagram Al-Mn-Fe [20].

Uvažujme tedy eutektika a intermetalické fáze, které mohou při výrobě komerční slitiny AW-3003 vznikat, jestliže její hlavní příměsí jsou Mn-1%, Fe-0,5%, Si-0,5%, Cu-0,15% a její krystalizace probíhá v AIB při $705 \pm 10^\circ\text{C}$. Pro posouzení charakteru eutektik a

primárně precipitovaných intermetalických fází je tedy nutné použít rovnovážné diagramy, jak binární (Al-Mn na obrázku 10), tak ternární (Al-Mn-Fe na obrázku 42). V případě, že je nutné uvažovat kvaternární fáze, jako například AlMnFeSi, je strukturní studium ještě složitější. Navíc se popis vznikajících fází komplikuje tím, že dostupné diagramy jsou platné jen při určitých teplotách, jako v případě Al-Mn-Fe při 600°C, což pro sledovanou oblast představuje už výsledné fázové složení po utužení slitiny.

Pro názornost situace při popisu fází je v diagramu na obrázku 42 vyznačeno zeleným bodem O složení naší slitiny. Při zvýšených rychlostech krystalizace nejsou dodrženy rovnovážné podmínky tuhnutí, takže mohou být posunuty nejen mezní koncentrace rozpustnosti jednotlivých prvků v tuhém roztoku Al, ale mohou být sníženy teploty vzniku eutektik.

Při rovnovážných podmínkách bez účinku očkovačla by se jako první vylučoval tuhý roztok hliníku (matrice) a utužené dendrity by byly ochuzeny o legující prvky Mn a Fe, takže bod O by se posunul směrem k nižším koncentracím legujících prvků, jak v diagramu na obrázku 42 schématicky odpovídá bodu 1. V závislosti na hodnotě efektivního rozdělovacího koeficientu bude probíhat odměšování příměsových prvků do mezidendritických prostor, jejichž složení se bude pohybovat směrem k vyšším koncentracím legujících prvků (bod 2 na obrázku 42), takže při teplotě eutektické reakce, utužne zbytek taveniny jako eutektikum. Při plynulém lití, kdy rovnovážné podmínky nejsou dodrženy, se vylučují z taveniny slitiny AW-3003 jako první precipitáty fáze $\text{Al}_6(\text{Fe}, \text{Mn})$, a to při teplotě 729°C nebo i při 710°C, jak bylo publikováno v [15]. Tato teplota je vysoko nad eutektickou teplotou to znamená, že tyto vyloučené částice mohou sloužit spolu s očkovačem TiB_2 rovněž jako nukleační centra při vylučování matrice z taveniny. Při nižších teplotách (729°C nebo 695°C) může z taveniny vypadávat nestabilní fáze $\beta\text{-AlMnSi}$, která při poklesu teploty peritektickou reakcí přejde na $\alpha\text{-Al}(\text{MnFe})\text{Si}$.

Jak bylo v kapitole 2.3.1. uvedeno, má Fe malou rozpustnost v hliníku, a je možné očekávat, že se přítomné železo ve slitině (s 0,5 hm.% Fe) bude vylučovat převážně do fází. Výsledky v tabulkách 12, 14 a 16 tento předpoklad potvrzují. Obdobně se bude chovat příměs mědi. Oproti předpokladům v [15] jsme stanovili, že Si se převážně vylučuje do eutektik (nad 3 hm.%) a zbytek zůstává v matrici (pod 0,3 hm.%), jak vyplývá z tabulek 12, 14 a 16.

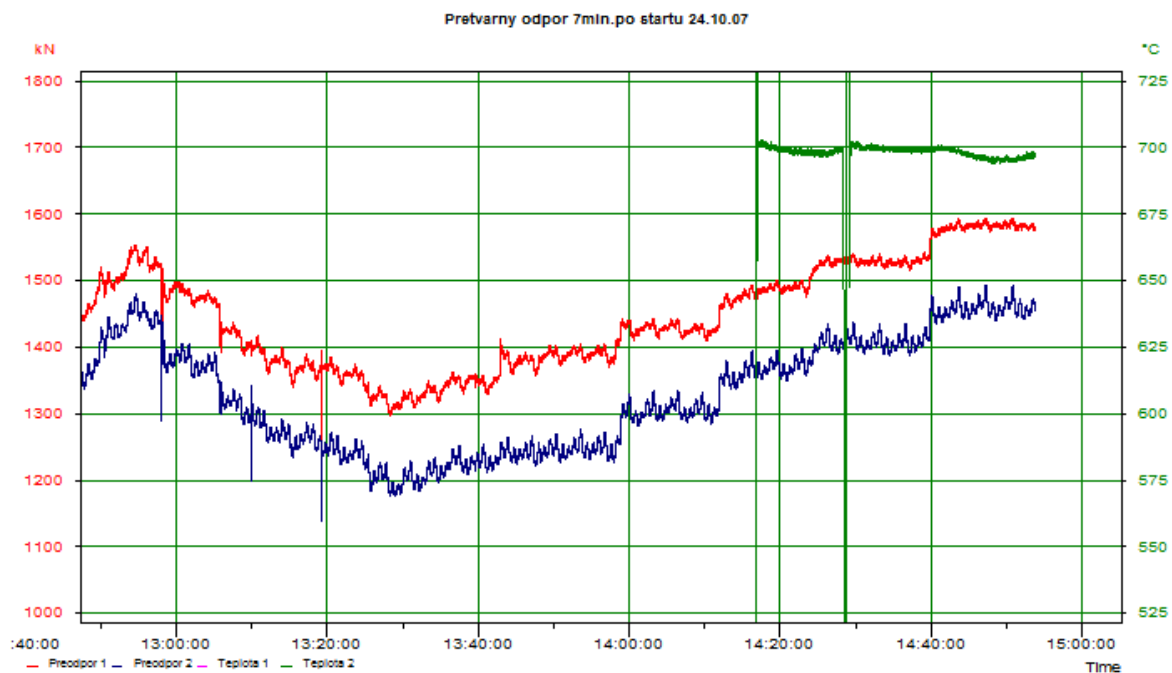
4.3. Měření separačních sil

V podniku Alinvest v Břidličné se na kontilití odlévá pás o tloušťce 8,5 mm, proto můžeme potvrdit, že povrchová vada „surface bleed“ se na kontilití v Břidličné nevyskytuje, neboť tato vada je charakteristická jen pro nižší tloušťky pásu.

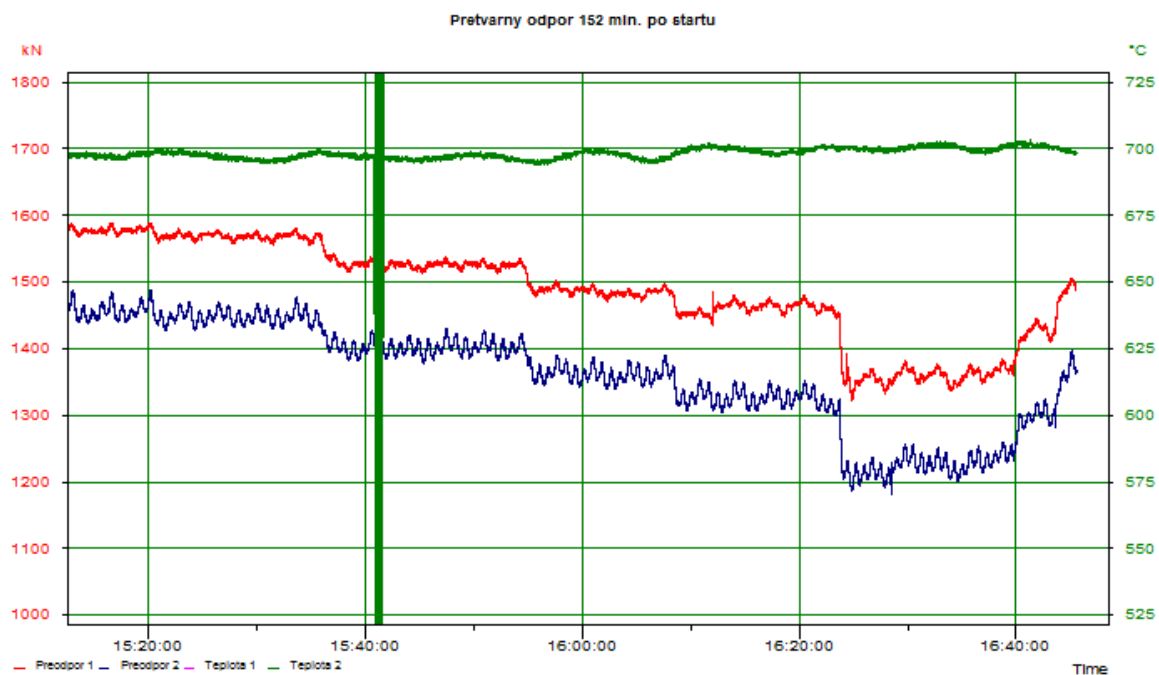
V Alinvestu na kontilití proběhlo měření separačních sil pro slitinu AW-3003.

Během měření separačních sil bylo prováděno několik zásahů do parametru lití, zejména do licí rychlosti, která se měnila od 60 cm/min do 80 cm/min. Měření separačních sil je znázorněno na obrázku 43 a 44, kde jednotlivé časové údaje odpovídají následovně:

- ❖ 12:35 hod. snížení rychlosti
- ❖ 12:55 hod. zvýšení rychlosti
- ❖ 13:05 hod. zvýšení rychlosti
- ❖ 13:10 hod. úprava tlaku
- ❖ 13:18 hod. zvýšení rychlosti
- ❖ 13:25 hod. posunutí trysky
- ❖ 13:45 hod. úprava tlaku
- ❖ 13:58 hod. snížení rychlosti
- ❖ 14:15 hod. snížení rychlosti
- ❖ 14:25 hod. snížení rychlosti
- ❖ 14:40 hod. snížení rychlosti
- ❖ 15:20 hod. zvýšení intenzity nástřiku grafitu, snížení rychlosti
- ❖ 15:35 hod. zvýšení rychlosti
- ❖ 15:55 hod. zvýšení rychlosti
- ❖ 16:07 hod. zvýšení rychlosti
- ❖ 16:25 hod. zvýšení rychlosti
- ❖ 16:40 hod. snížení rychlosti



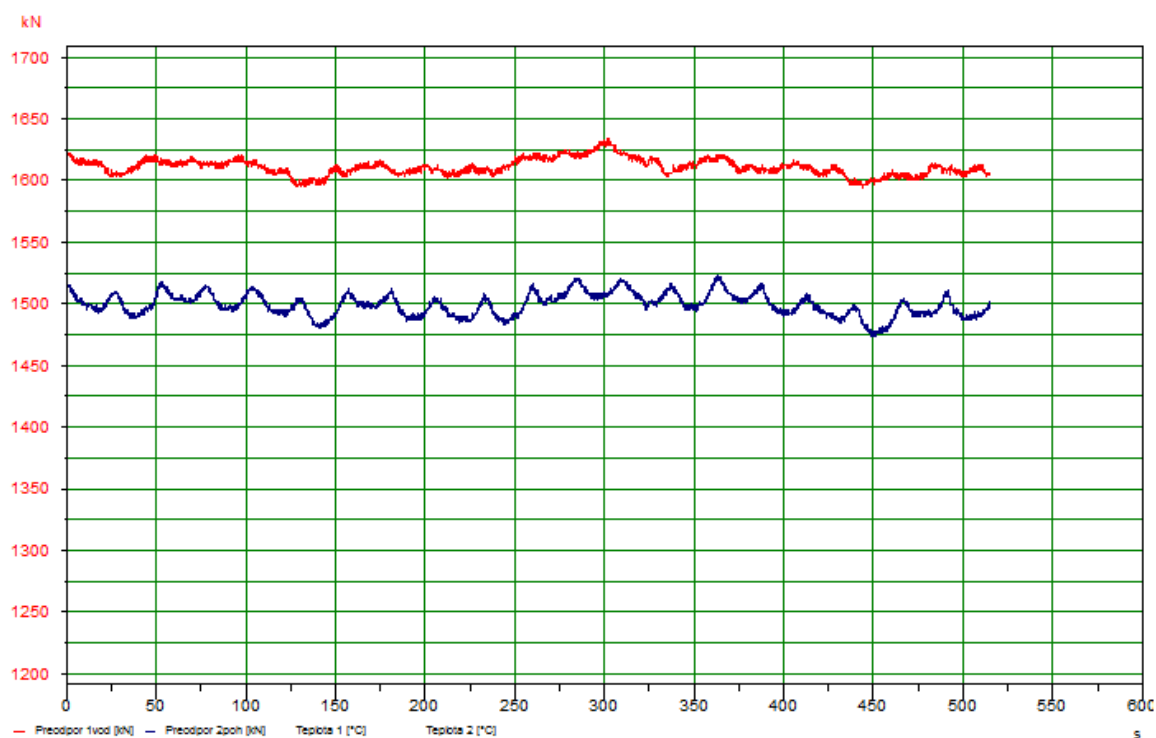
Obr. 43. Závislost separačních sil na čase a teplotě



Obr. 44. Pokračování grafu 1 závislost separačních sil na čase a teplotě

Červená křivka je separační síla na straně pohonu, modrá křivka je separační síla na straně vstupu vody do válců a zelená křivka představuje teplotu v licí krabici. Separační síly byly měřeny v kN a teplota ve °C. Teplota je po celou dobu lití konstantní, takže neměla na proces výrazný vliv.

Při měření separačních sil se zjistilo, že při zvýšení rychlosti klesaly separační síly a při snížení rychlosti separační síly stoupaly. Při posunu trysky dozadu se zvýšil setback a tím se i oddálila krystalizační fronta od osy válců, došlo k zvýšení separačních sil, protože kov měl dostatek času zchladnout před osou válců a tak byl více zpevněn a tvoří větší odpor, jak bylo výše uvedeno v kapitole 3.2.3., centrální segregace se v lité struktuře vyskytuje, pokud je specifické zatížení nízké. Zvýšíme-li velikost separační síly, můžeme se dostat do oblasti bez segregace (Obr. 23). Z grafu však také vyplývá, že tloušťka pásu a separační síla závisejí na lici rychlosti, to znamená, že nerovnovážné podmínky mezi těmito parametry výrazně ovlivní výskyt centrální segregace. Kombinací separačních sil a lici rychlosti bylo dosaženo homogennější struktury, což příznivě ovlivnilo vlastnosti konečného výrobku.



Obr. 45. Závislost separačních sil na čase v (s) a teplotě pro jednu otáčku válce

Z obrázku 45 lze vyčíst, že pro jednu otáčku válce, tj. o 360° , jsou typické 4 píky na křivce separačních sil. Separační síly na obrázku 3 jsou charakteristické pro vyhovující strukturu bez vad, mikro a makrosegregací.

Parametry lití během měření jsou zaznamenány v tabulce 17.

Tab. 17. Hodnoty parametru lití během měření

Parametry lití	Hodnoty v průměru
Licí rychlost	59,5 cm/min
Rychlost válců	61,1 cm/min
Zatížení stolice	8,7 A
Teplota v licí krabici	707,4 °C
Teplota vody při vstupu do válců	20,7 °C
Teplota vody při výstupu z válců	22 °C
Rychlost drátu	18+18 cm/min

Licí rychlost byla malá a separační síly v rovnováze, proto se u struktury nevyskytly žádné segregace. Je možné předpokládat, že bezpečná oblast pro strukturu bez výskytu segregací platí pro separační síly nad 1400 kN včetně.

4.4. Sledované parametry lití

Po dobu roku 2009 do dubna roku 2010 byla sledovaná mikrostruktura slitiny AW-3003 u kontilitých pásů. Taky se sledovaly veškeré vstupní parametry jako je teplota v licí krabici, rychlost lití, zatížení stolice, rychlost dotování drátu AlTiB do taveniny a zásahy do kontilití, například manipulace a úprava trysky.

Celkem bylo analyzováno 111 vzorků v roce 2009 a 28 vzorků v roce 2010. Od začátku roku 2009 do června byl pozorován menší počet period u spodního a horního povrchu, než v druhé polovině roku, viz tab.18. Porovnání jsem provedla procentuálním zastoupení jednotlivých vad.

Tab.18. Počet výskytu vad v roce 2009 u slitiny AW-3003

	První pololetí = leden - červen		Druhé pololetí = červenec - prosinec	
Počet zkoumaných vzorků	54		57	
Perioda u spodního povrchu	7	13%	15	26%
Perioda u horního povrchu	12	22%	12	21%
Plovoucí zrna spodní povrch	37	69%	34	60%
Plovoucí zrna horní povrch	6	11%	2	4%

V průběhu roku 2009 se vyskytlo celkem 18 vad typu studených svarů ze 440 vzorků slitiny AW-3003 z celého výrobního procesu.

Sledovaná struktura byla litá přibližně při konstantních podmínkách během celého roku, v průměru licí rychlost 60 ± 1 cm/min, zatížení stolice od 6 -11 A, teplotě krystalizace $705 \pm 10^\circ\text{C}$, až na některé výkyvy.

Pokud se licí rychlost zvedá, měla by se snížit teplota v licí krabici, protože se krystalizační fronta protahuje směrem k ose válců a vzniká tak centrální segregace. Tomuto procesu zabráníme, když oddálíme trysku od osy válců. Při provedených zkouškách zvýšení licí rychlosti na 70 cm/min., rozdíly ve struktuře oproti 60 cm/min. nebyly příliš velké, ale byly náznaky zvyšující se segregace ve středu pásu.

V lednu roku 2010 se prováděla na kontilitě úprava licí trysky, kdy byla nastavena tak, aby „šoupala“ o válec. Následující kroky obsluhy u licí stolice vedly k špatné manipulaci trysky a tím vyvolání studených svarů na horním povrchu.

Vzhledem k tomu, že vada příčné pruhovitosti se vyskytuje nejen u spodního, ale rovněž i u horního povrchu, bylo nutné uvažovat další parametr procesu, a to špatný odvod tepla do válců. Jeho vliv byl potvrzen skloněným nastavením licí trysky o úhel 2° směrem dolů, čímž došlo k zhoršení odvodu tepla do válců u horního povrchu a výskytu velmi výrazných period i na horním povrchu. Po nastavení licí trysky zpět do vodorovné polohy byla struktura vyhovující, příčná pruhovitost se neobjevovala a zvýšila se homogenita pásu.

5. Závěr

Diplomová práce byla navržena ve spolupráci s Alinvestem v Břidličné. V práci se řešila mikrostruktura slitiny AW-3003 a hledaly se optimální podmínky lití pro tuto slitinu bez defektů.

Sledovaná struktura slitiny AW-3003 během dlouhého období vykazovala různé vady v závislosti na podmínkách lití. Nejvíce se dá struktura ovlivnit rychlostí lití, zatížením stolice, teplotou krystalizace a manipulací trysky.

Ve sledované struktuře byla největším problémem příčně pruhovitá struktura, ve které se hromadilo velké množství intermetalických částic a eutektik. Tato oblast byla křehká oproti sousední houževnatější oblasti a podél těchto oblastí docházelo při následném válcování k praskání materiálu.

V průběhu lití je nutné vyvarovat se prudkým změnám parametrů procesu, neboť změna jednoho parametru vede k ovlivnění ostatních. Díky nevhodně nastavené licí trysce bylo mikrostrukturním rozbořem zjištěno, že příčně pruhovitá struktura se objevuje i na horním povrchu pásu, což je důsledkem špatného odvodu tepla do válců. Proto navrhuji důkladnou kontrolu veškerých parametrů nastavení licí stolice před najetím kontilití. V souvislosti se zjištěným špatným odvodem tepla do válců také navrhuji, aby se dokumentovala tepelná vodivost (tedy v závislosti na chemickém složení) bandáží válců od různých dodavatelů.

Při měření separačních sil byla stanovena vyhovující oblast pro odlitou strukturu bez vad. Protože však licí rychlost byla standardní, tedy 60 cm/min., navrhuji pokračovat v měření separačních sil a vytvořit segregační limitní diagram pro konkrétní slitinu AW-3003, aby se mohla postupně zvedat licí rychlost na kontilití a dosáhlo se tak větší výrobní produktivity.

Nastíněná problematika vzniku jednotlivých fází při procesu krystalizace by při následném experimentálním výzkumu měla umožnit zjistit, jaká rychlost a jaká teplota lití musí být dodržena, aby nedocházelo k výrazné segregaci uprostřed pásu. Závěrem je nutné podotknout, že i při optimalizovaném procesu se fáze typu $Al_6(Fe,Mn)$ budou vylučovat z taveniny jako první vždy, protože krystalizují při teplotách vyšších, než je teplota krystalizace matrice.

6. Literatura

- [1] Kadláček, V. Závěrečná zpráva, technické poznatky kontilití. Břidličná, 1960.
- [2] Mohanty, P. S., Gruzleski, J. E. Mechanism of grain refinement in aluminium. *Acta metall.*, 43, 1995, s. 2001-2012.
- [3] *ASM Handbook. Vol.2, Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Material.* 10th edition, ASM International, 2000, s. 1328. ISBN 0-87170-378-5.
- [4] Liu, X. J. Al-Mn phase diagram. *ASM Alloy phase diagrams center*, P. Villars, editor-in-chief; H. Okamoto and K. Cenzual, section editors, 1999.
- [5] Hansen, M. Constitution of Binary Alloys. New York, 1958.
- [6] Elliott, R. T. Constitution of Binary Alloys. New York, 1965.
- [7] Livanov, V.A., Vozdviženskij, V.M. *Tr. Mosk. Aviat. Technol. Inst.* No.31 84-99, 1958.
- [8] Michna, Š., Lukáč, I., Očenášek, V., Kořený, R., Drápala, J., Schneider, H., Miškuřová, A. a kol. *Encyklopedie hliníku*. Adin, s.r.o., Prešov. 2005. ISBN 80-89041-88-4.
- [9] Massalski, T. B. *Binary Alloy Phase Diagrams*. American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1986, 2224 s.
- [10] Massalski, T. B., Okamoto, H. *Binary Alloy phase Diagrams*. American Society for Metals, Metals Park, Ohio, 1996.
- [11] Totten, G. E., MacKenzie, D. S. *Handbook of Aluminum: Alloy production and materials manufacturing*. Volume 2, Marcel Dekker, Inc. New York, 2003.
- [12] Kovář, A. *Plynulé lití pásů na zařízení 3C a jejich další zpracování*. Břidličná. 1977.
- [13] Totten, G. E., MacKenzie, D. S. *Handbook of Aluminum: Physical metallurgy and processes*. Volume 1. Marcel Dekker, Inc. New York, 2003. ISBN 0-8247-0494-0.
- [14] Zolotarevsky, V.S., Belov, N.A., Glazoff, M.V. *Casting aluminum alloys*. Pittsburgh, Moscow, 2007.
- [15] Slámová, M. *Fyzikálně-metalurgické základy technologie výroby tenkých fólií ze slitin AW-3003 a AW-8006*. Studijní zpráva č.33/05-S. VÚK Panenské Břežany, 2005.
- [16] Gras, Ch., Meredith, M., Hunt, J.D. Microdefects formation during the twin-roll casting of Al-Mg-Mn aluminium alloys. *Jornal of materials processing technology*, 167, 2005, s. 62-72.
- [17] Yun, M., Lokyer, S., Hunt, J.D. Twin roll casting of aluminium alloys. *Materials science and engineering*, A280, 2000, s.116-123.
- [18] Carlberg, T., Jaradeh, M., Kamgou, Kamga, H. Solidification studies of automotive heat exchanger materials. *Aluminum casting*. 2006.
- [19] Přerovská, M. Studium struktury kontinuálně litých pásů ze slitin Al. *Disertační práce*, VUT v Brně, 2002.
- [20] Murav'eva, A. A. *ASM Alloy phase diagrams center*, P. Villars, editor-in-chief; H. Okamoto and K. Cenzual, section editors. 1999.

7. Použité značky, jednotky a symboly

DC	direct-chill (lití do bloků)
AIB	Alinvest a.s., Břidličná
ht	vysokoteplotní fáze (v kapitole 2.3.3)
rt	fáze s existencí do pokojových teplot (v kapitole 2.3.3)
TEM	transmisní elektronová mikroskopie
SEM	skenovací elektronová mikroskopie
EDS	mikrosonda pro chemickou analýzu při SEM
Sybas	program zaznamenávající hodnoty při procesu lití
T_m	teplota nukleace
T_n	teplota tavení
Δr	poloměr atomu
EMPA	analýza pomocí mapy rozložení prvků ve fázích